

THÈSES

présentées

A LA FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE LYON

pour obtenir

LE TITRE DE DOCTEUR-INGÉNIEUR

PAR

Alain JUTARD

Ingénieur I. N. S. A.

PREMIÈRE THÈSE

**Etude et réalisation
d'un microdébitmètre thermique
Application à la réalisation d'un doseur
d'hydrocarbures**

DEUXIÈME THÈSE

Propositions données par la Faculté

Soutenues le 25 Juin 1964, devant la Commission d'Examen

MM. C. EYRAUD Président

L. EYRAUD }
R. CHÉRY } Examineurs
M. RICHARD ... }

LYON

Imprimerie BOSC Frères
42, quai Gaillon, 42

1964

THÈSES

présentées

A LA FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE LYON

pour obtenir

LE TITRE DE DOCTEUR-INGÉNIEUR

PAR

Alain JUTARD

Ingénieur I. N. S. A.

PREMIÈRE THÈSE

**Etude et réalisation
d'un microdébitmètre thermique
Application à la réalisation d'un doseur
d'hydrocarbures**

DEUXIÈME THÈSE

Propositions données par la Faculté

Soutenues le 25 Juin 1964, devant la Commission d'Examen

MM. C. EYRAUD Président

L. EYRAUD	} Examineurs
R. CHÉRY	
M. RICHARD ...	

LYON

Imprimerie BOSC Frères
42, quai Gailleton, 42

1964

UNIVERSITEIT LEIDEN

LEIDEN

1871

LEIDEN

LEIDEN

LEIDEN



LEIDEN

LEIDEN

LEIDEN

FACULTE DES SCIENCESDoyens honoraires

MM. LONGCHAMBON, DOUIN, MOUSSA, GAUTHIER Henri

Professeurs honoraires

MM. LOCQUIN, de LARAMBERGUE, SOLLAUD, MENTZER, MOUSSA, JAFFARD, DOUIN, Henri EYRAUD, DEJARDIN, VIRET.

Doyen

M. BRACONNIER

Assesseurs

MM. MESNARD, BOIDIN

Professeurs

MM LONGCHAMBON	Minéralogie
PRETTRE	Chimie industrielle
COURTY	Chimie-Physique
KUHNER	Botanique
MALECOT	Mécanique rationnelle et appliquée
PARIS	Chimie minérale
AUMERAS	Chimie
COLONGE	Chimie organique
JANIN	Physique générale
FLANDRIN	Géologie appliquée
BERNARD	Physique industrielle
DUFAY Jean	Astronomie
NIGON	Zoologie expérimentale
GAUTHIER Henri	Géologie générale
WAUTIER	Zoologie
CHOPIN	Chimie biologique
CUEILLERON	Chimie
BRACONNIER	Calcul différentiel et intégral
EYRAUD Charles	Chimie-Physique Appliquée
SARAZIN	Physique nucléaire
BOIDIN	Microbiologie et Mycologie
PERES	Physiologie
MESNARD	Electronique
GRANDMONTAGNE	Physique
BOUTILLIER	Minéralogie
LAFOUCRIERE	Physique nucléaire
DREUX	Chimie organique
TEICHNER	Chimie industrielle
PAVANS DE CECCATTY	Zoologie
MERLIN	Chimie analytique
DUFAY Maurice	Physique de l'Atmosphère
FRAISSE	Mathématiques
LUBET	Physiologie
PHILBERT	Physique nucléaire
COHEN-ADAD	Chimie

DAVID Louis	Géologie générale
CHANEL	Psychophysiologie
MAURY	Méthodes Mathématiques de la Physique
DEPRAZ	Physique nucléaire
GAUTHIER Jean	Chimie

Professeurs sans chaire

MM. GAUME	Physique
FERON	Mathématiques
LAFORGUE	Physique
LEGAY	Zoologie expérimentale S.P.C.N.
UZAN	Physique S.P.C.N.
CHENEVOY	Géologie appliquée
GINET	Zoologie
ASCH	Physique
MICHEL Pierre	Minéralogie
DUCET	Biologie végétale
Mlle MAITROT	Physique
MM. GEVIN	Géologie générale
PONASSE	Mathématiques
d'INCAN	Physique
LEFEBVRE	Mathématiques
PERNET	Mathématiques
CHERY	Physique
BERGEON	Physique C.S.U.
Mlle GAUTHERON	Chimie biologie

Maîtres de Conférences

Mme ERICSON	Physique générale
MM. MARTEL	Mécanique
MATHIEU	Mécanique des Fluides
ERBEIA	Physique
DESCOTES	Chimie organique
PICARD Philippe	Mathématiques
LEMOIGNE	Botanique
DEMARCO	Géologie générale
MICHEL Georges	Biochimie
LEBRETON	Biologie végétale
DAVID Jean	Biologie animale
TOUSSET	Chimie propédeutique
FEUVRAIS	Physique Electricité
PICARD Claude	Mathématiques
SCHMITT	Physique M.P.C.

Maître de Conférences adjoint

M. PIERRON	Chimie
------------	--------

Conseiller administratif

M. BURNET

Secrétaire Principal Honoraire

M. ROUX

Ce travail a été poursuivi dans les laboratoires du Département de Mécanique de l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon.

Nous remercions vivement Monsieur le Professeur Charles EYRAUD, Directeur de ce Département, d'avoir bien voulu accepter la présidence de notre jury et de nous avoir guidé de ses conseils.

Nous sommes heureux de pouvoir exprimer toute notre reconnaissance envers Monsieur le Professeur Lucien EYRAUD, pour les encouragements, les critiques et les conseils judicieux dont il nous a constamment fait bénéficier tout au long de nos recherches.

Nous voudrions aussi remercier Monsieur Roland CHERY, professeur à la Faculté des Sciences de Lyon, d'avoir bien voulu accepter d'être membre de notre jury.

Nous remercions très sincèrement Monsieur Marc RICHARD, Maître de Conférences à l'I.N.S.A., à qui nous devons une sincère gratitude pour l'intérêt avec lequel il nous a constamment guidé.

Nous tenons tout particulièrement à remercier Monsieur Charles DANEYROLLE, ainsi que tous nos camarades de Laboratoire qui surent créer un climat d'amicale sympathie et de fructueuse collaboration.



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41554209_0040

SYMBOLS UTILISES

ρ	masse spécifique du fluide
C_p	chaleur spécifique à pression constante du fluide
D	débit volumique
Δ	débit massique $\Delta = \rho D$
W	puissance calorifique fournie
θ	température du gaz
θ'	température d'entrée du gaz
θ_0	température maximum
F	force de frottement de Stokes
μ	coefficient de viscosité du fluide
ν	viscosité cinématique du fluide
d	diamètre du conduit cylindrique
r	rayon du conduit
R	nombre de Reynolds
p, P	pression
L	longueur du conduit
v	vitesse du fluide
v_0	vitesse maximum sur l'axe du conduit
v_m	vitesse moyenne dans une section
Q	quantité de chaleur
λ	coefficient de conductibilité thermique du fluide
α	coefficient de convection du fluide
E	tension fournie par la pile thermoélectrique du débitmètre
σ	sensibilité de l'appareil en $\mu V - l^{-1} \cdot h$ (débitmètre)
E'	tension fournie par le doseur $E' = e + e'$
e	tension fournie par le doseur due à la combustion catalytique
e'	tension fournie par le doseur due au débit seul
ε	pourcentage d'hydrocarbures dans l'air (en volume)

I N T R O D U C T I O N



Les procédés de mesure des débits gazeux dans les conduites sont habituellement classés en trois catégories : la méthode directe par compteurs volumétriques ; la méthode semi-directe, par mesure de la vitesse d'écoulement du fluide ; la méthode indirecte, par mesure d'une grandeur caractéristique du débit (1).

Dans le domaine industriel, cette dernière méthode est très souvent utilisée. Suivant la grandeur caractéristique, par l'intermédiaire de laquelle on mesure le débit, on distingue :

1) - les débitmètres à ajutage : diaphragme, venturi, tuyère, où la détermination du débit résulte de la mesure de la différence de pression entre deux points convenablement choisis du conduit ; l'élément de mesure étant un manomètre à liquide.

2) - les débitmètres à organe déprimogène et à capsule manométrique où la variation de pression entraîne la variation des caractéristiques électriques d'un transformateur différentiel, par l'intermédiaire d'un noyau plongeur solidaire de la membrane de la capsule (2).

3) - les débitmètres thermiques. Dans ce type d'appareils, l'on place dans une tuyauterie de section constante, parcourue par un débit fluide une source de chaleur en amont et un organe sensible à la température du fluide en aval (3). Le débit massique Δ du fluide, sa température θ et la puissance calorifique fournie W , sont liés par une

relation de la forme :

$$\Delta C_p = f [(W - W_0), (\theta - \theta_0)]$$

dans laquelle W_0 et θ_0 représentent les valeurs prises par W et θ quand le débit massique est nul. Cette relation suppose qu'un régime permanent est établi.

Si dans cette relation on maintient $(W - W_0)$ constant, $(\theta - \theta_0)$ constituera une mesure de débit massique.

Dans ces appareils à puissance calorifique constante, 2 points sont à considérer : le mode d'apport des calories, la nature et la disposition des éléments thermosensibles.

- Le chauffage extérieur, par une résistance électrique, bobinée autour du tube dans lequel circule le gaz, limite les risques d'encrassement et de corrosion. Le chauffage au sein du fluide, plus difficilement réalisable, limitant les pertes calorifiques, permet d'obtenir une plus grande sensibilité.

- La détection de la variation de température du fluide peut être obtenue à l'aide d'une résistance de platine ou de nickel placée en aval de l'élément chauffant. Elle est montée dans un pont de Wheatstone dont le courant de déséquilibre dépend de la variation de résistance du platine en fonction de la température (4) (5). Les débitmètres à résistances ont une sensibilité assez élevée, mais ne sont linéaires qu'aux faibles débits.

On utilise aussi des thermistances comme éléments thermosensibles (6). Les débitmètres à thermistances présentent des caractéristiques intéressantes, car la sensibilité est grande, mais la loi liant la grandeur électrique au débit est logarithmique.

Enfin le déséquilibre thermique peut être mesuré à l'aide de couples thermoélectriques, soudés directement sur le tube même. Ce

système a été peu utilisé jusqu'à présent, car la sensibilité est faible par rapport aux montages à résistances ou à thermistances ; de plus il apparaît dans le tube des courants telluriques vagabonds qui peuvent facilement créer des différences de potentiel de l'ordre du millivolt entre les couples et fausser les mesures (3).

Cependant les caractéristiques des débitmètres à thermocouples peuvent être améliorées par une utilisation plus rationnelle des propriétés des thermocouples (7) (8) et une configuration géométrique appropriée. Aussi nous proposons-nous d'étudier et de réaliser un débitmètre thermique à thermocouples, pour la mesure des faibles débits gazeux, de 0 à 25 l.h^{-1} , en nous attachant à améliorer la sensibilité, la linéarité, la précision et le temps de réponse de ce type d'appareils.

CHAPITRE - I -ÉCOULEMENT DES FLUIDESCONVECTION FORCÉE DE LA CHALEUR

Dans un débitmètre thermique, le gaz s'écoulant dans le conduit constituant le débitmètre, emmagasine des calories au passage sur l'élément chauffant, et les restitue au fur et à mesure qu'il s'éloigne de cet élément. La mesure de cet échange de chaleur entre le fluide et les parois du conduit constitue une mesure de débit.

On a donc deux phénomènes physiques qui se superposent : le régime d'écoulement du fluide à l'intérieur d'un tuyau cylindrique et le transfert de chaleur du gaz, porté à une certaine température au centre du débitmètre, au cours de l'écoulement.

Les phénomènes de convection de la chaleur sont intimement liés au phénomène d'écoulement du fluide le long de l'obstacle avec lequel il échange des calories ; aussi convient-il d'étudier, du moins sommairement, le régime d'écoulement d'un fluide d'une part, et la convection forcée de la chaleur d'autre part. (9)

A - ÉCOULEMENT DES FLUIDES (9)I - RÉGIME LAMINAIRE - RÉGIME TURBULENT

L'écoulement d'un fluide est caractérisé par son régime. Dans le régime laminaire, tous les domaines du fluide décrivent des trajectoires parallèles entre elles ; en régime turbulent, par contre, les

trajectoires des particules ne sont plus parallèles. Les filets de fluide, après un mouvement tourbillonnaire, finissent par disparaître en donnant un mouvement d'apparence totalement désordonné. Le passage d'un régime à l'autre a lieu pour une certaine vitesse critique du fluide, laquelle est fonction des dimensions du tube et des caractéristiques du fluide.

II - DEFINITIONS

Avant d'aborder l'étude de l'écoulement d'un fluide dans un conduit cylindrique, il convient de définir le coefficient de viscosité du gaz et son nombre de Reynolds.

Considérons deux plans P et P' d'un fluide, distants l'un de l'autre de dx . Si v est la vitesse du fluide parallèlement à P dans le plan P, et $v + dv$ la vitesse du fluide dans le plan P', les deux plans P et P' sont respectivement soumis à une force de frottement F dirigée, la première dans le sens du déplacement, la seconde en sens inverse, et donnée par la formule de Stokes :

$$(1) \quad F = \int \mu \frac{dv}{dx}$$

Le coefficient μ caractéristique du fluide est appelé coefficient de viscosité. Dans l'étude de l'écoulement des fluides s'introduit un nombre sans dimension, appelé nombre de Reynolds, défini par la relation :

$$(2) \quad R = \frac{vd}{\left(\frac{\mu}{\rho}\right)}$$

dans laquelle μ est la viscosité, ρ la masse spécifique, v la vitesse caractéristique du régime d'écoulement et d le diamètre du tube dans lequel s'écoule le fluide. Le rapport $\frac{\mu}{\rho}$ est appelé viscosité cinématique ν du fluide. On a :

$$R = \frac{vd}{\nu}$$

Le passage du régime laminaire au régime turbulent est uniquement fonction de la valeur du nombre de Reynolds, et cette valeur particulière est appelée Nombre de Reynolds critique.

III - CALCUL DE LA VITESSE CRITIQUE D'UN GAZ DANS UN CONDUIT CYLINDRIQUE

Dans le cas de tuyaux lisses, la vitesse critique d'écoulement est sensiblement $v_c = \frac{2000 \nu}{d}$. (10)

La viscosité cinématique de l'air est de 0,158 CGS dans les conditions normales de pression et à 30°C. Si le tube a un diamètre de 10 mm, la vitesse critique du gaz est de : 316 cm.s^{-1} , ce qui correspond à un débit moyen de $256 \text{ cm}^3.\text{s}^{-1}$, soit 920 l.h^{-1} .

Le débit critique, au delà duquel le régime d'écoulement devient turbulent, est nettement supérieur au domaine que nous sommes fixés pour notre débitmètre, qui est de 0 à 25 l.h^{-1} . On peut donc raisonnablement supposer que le régime d'écoulement du fluide à travers le débitmètre est laminaire et nous limiter à l'étude d'un écoulement laminaire dans un tuyau cylindrique.

IV - ECOULEMENT LAMINAIRE EN REGIME ETABLI DANS UN TUYAU CYLINDRIQUE

Lorsqu'un fluide pénètre à l'intérieur d'un conduit, la répartition des vitesses se modifie depuis l'entrée jusqu'à une certaine zone à partir de laquelle le régime des vitesses devient identique dans toutes les sections du conduit normales à l'axe. On dit alors que le régime dynamique est établi. En pratique, on peut dire que ce régime dynamique est établi, lorsque le fluide a parcouru une longueur d'environ 5 à 6 fois le diamètre du tube à partir de l'entrée.

Considérons dans le fluide un cylindre de révolution de longueur dx et de rayon y (figure 1).

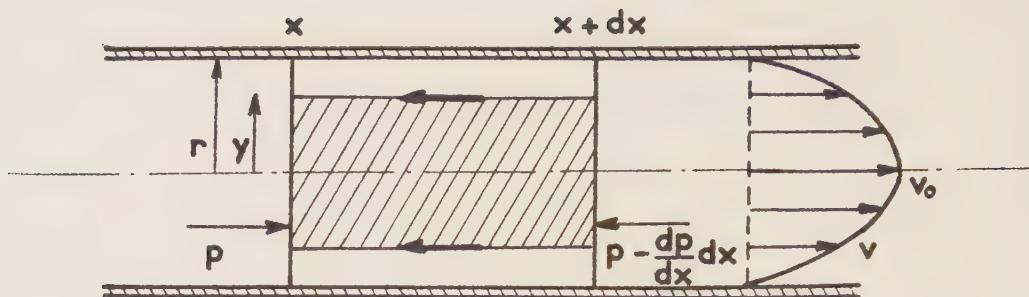


Fig. 1

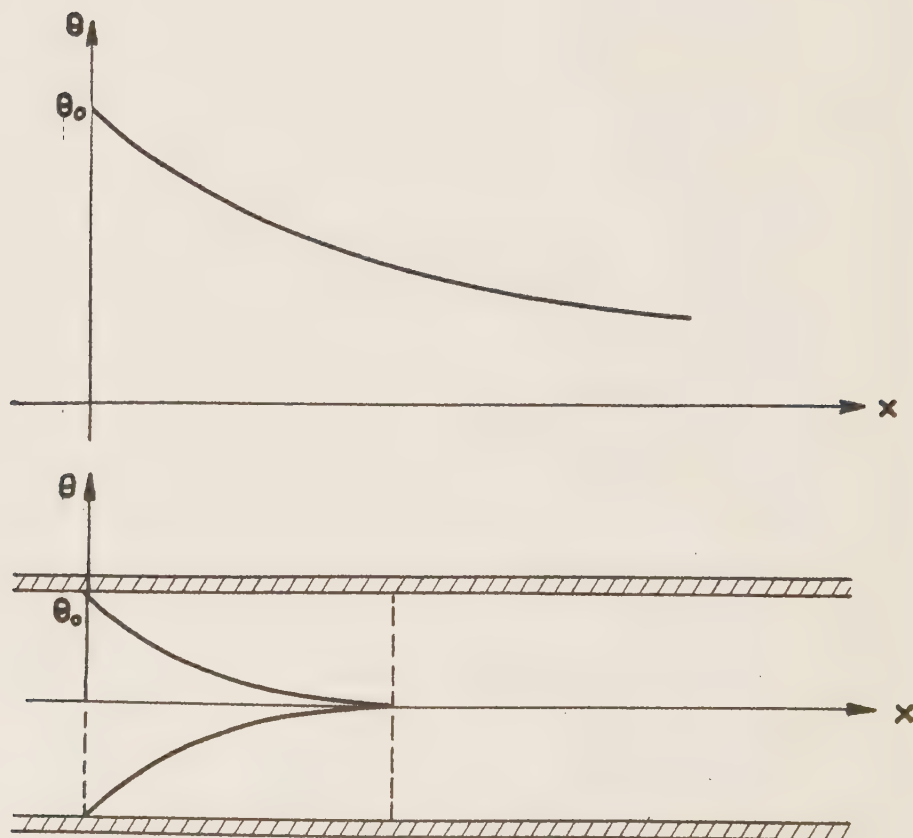


Fig. 2

En régime établi, la perte de charge $\frac{dp}{dx}$, par unité de longueur du conduit, est constante.

La somme algébrique des forces de pression sur les deux faces du cylindre est égale à :

$$(3) \quad (p - \frac{dp}{dx} dx) \pi y^2 - p \pi y^2 = - \pi y^2 \frac{dp}{dx} dx$$

D'autre part d'après la loi de Stokes (formule 1), la résultante des forces de frottement s'exerçant sur les parois latérales du cylindre, s'écrit :

$$(4) \quad 2 \pi y dx \cdot \mu \frac{dv}{dy}$$

L'équation du mouvement s'obtient en égalant les forces de frottement et de pression :

$$(5) \quad \frac{dv}{dy} + \frac{y}{2\mu} \cdot \frac{dp}{dx} = 0$$

Equation que l'on peut mettre sous la forme :

$$(6) \quad \frac{dv}{dy} + \frac{y}{2\mu} \frac{P}{L} = 0$$

en désignant par P la chute totale de pression le long d'une tranche du cylindre de longueur L.

En admettant que la vitesse v du fluide est nulle le long de la paroi, l'intégration de l'équation différentielle (6) conduit à :

$$(7) \quad v = \frac{P r^2}{4 \mu L} \left(1 - \frac{y^2}{r^2} \right)$$

La relation (7) est l'équation d'une parabole. La vitesse est maximum sur l'axe et vaut :

$$v_0 = \frac{P r^2}{4 \mu L} = \frac{P d^2}{16 \mu L} \quad \text{Il en résulte :}$$

$$(8) \quad v = v_0 \left(1 - \frac{y^2}{r^2}\right)$$

Les vitesses ont une répartition parabolique. La vitesse moyenne v_m dans la section du conduit, vitesse moyenne définie comme étant celle qui donnerait le même débit total de fluide, a pour valeur $\frac{v_0}{2}$.

Le débit en volume D du fluide par seconde s'écrit alors :

$$(9) \quad D = \frac{\pi P r^4}{8 \eta L}$$

c'est la formule de Poiseuille.

B - CONVECTION DE LA CHALEUR (9)

I - HYPOTHESE DE SIMILITUDE (9) (11)

L'étude de la convection de la chaleur en régime laminaire conduit à admettre en première approximation l'hypothèse dite de similitude dans laquelle on suppose les profils des vitesses et des températures identiques.

On a donc :

$$(10) \quad \frac{v}{v_0} = \frac{\theta}{\theta_0} = 1 - \frac{y^2}{r^2}$$

Cette hypothèse permet de simplifier le calcul des coefficients de convection en régime laminaire.

II - DEFINITIONS

Considérons un gaz où la distribution des températures est permanente ; soient θ et $\theta + d\theta$ les températures de 2 plans distants de dx , la quantité de chaleur transmise d'un plan à l'autre par unité de

surface et par seconde est, par définition :

$$(11) \quad Q = \lambda \frac{d\theta}{dx}$$

λ est appelé coefficient de conductibilité thermique du gaz. On peut écrire aussi :

$$(12) \quad Q = \alpha d\theta$$

α est le coefficient de convection du fluide.

Si l'on considère un tube, l'équation (10) nous permet d'écrire :

$$\theta_o - \theta = \frac{y^2}{r^2} \theta_o = d\theta$$

La relation (12) devient alors :

$$Q_y = \frac{\alpha y^2}{r^2} \theta_o$$

$$Q_{r=r} = \alpha \theta_o$$

De même la relation (11) donne :

$$Q_r = \lambda \left(\frac{d\theta}{dy} \right)_{y=r} = \frac{2\lambda}{r} \theta_o = \frac{4\lambda}{d} \theta_o$$

soit :

$$(13) \quad \alpha = \frac{4\lambda}{d}$$

Dans le cas du transport de chaleur par le fluide lui-même, l'hypothèse de similitude n'est plus suffisante, et d'après M.G. RIBAUD (9) la formule 13 devient :

$$(14) \quad \alpha = 3,66 \frac{\lambda}{d}$$

III - RELATION ENTRE LE DEBIT DU FLUIDE ET SA TEMPERATURE

Considérons un fluide qui pénètre à l'intérieur d'un tube à la température moyenne Θ_0 , et supposons que nous nous trouvons en régime thermique établi. La température du fluide va s'abaisser tout au long du conduit. La figure 2 représente l'établissement du régime thermique dans un conduit, avec régime dynamique préalablement établi.

Dans une tranche dx , la quantité de chaleur échangée par le fluide peut s'écrire :

$$(15) \quad dQ = \alpha \pi \cdot d \cdot dx \cdot \Theta \quad \text{avec} \quad \alpha = 3,66 \frac{\lambda}{d}$$

Θ représente la température moyenne à l'abscisse x .

Si l'on considère, l'abaissement de la température moyenne $d\Theta$ dans le parcours dx , on a :

$$(16) \quad dQ = - \rho C_p v_m \frac{\pi d^2}{4} d\Theta$$

Le débit D est donné par : $D = v_m \cdot S = v_m \cdot \frac{\pi d^2}{4}$

Les relations (15) (16) nous donnent :

$$3,66 \lambda \pi dx \cdot \Theta = - \rho C_p D d\Theta$$

$$\frac{d\Theta}{\Theta} = - \frac{3,66 \lambda \pi}{\rho C_p} \cdot \frac{dx}{D}$$

Equation différentielle dont la solution est :

$$\text{Log} \frac{\Theta}{\Theta_0} = - \frac{3,66 \lambda \pi}{\rho C_p} \cdot \frac{x}{D}$$

que l'on peut mettre sous la forme :

$$(17) \quad \frac{\Theta}{\Theta_0} = \exp \left(- \frac{3,66 \lambda \pi x}{\rho C_p D} \right)$$

Relation donnant la température moyenne du fluide en fonction de ses caractéristiques, de son débit volumique et de l'abscisse x .

Pour un débit donné, la température moyenne dans une tranche ~~dépend~~^{décroît} exponentiellement en fonction de x .

A une abscisse donnée, la température moyenne décroît exponentiellement en fonction de $\frac{1}{D}$.

Remarque : Le produit $\rho C_p D$ a les dimensions d'une quantité de chaleur Q . Si pour deux gaz différents, on a même abaissement de température en un point donné d'abscisse x , on doit avoir :

$$(18) \quad Q = \rho_1 C_{p1} D_1 = \rho_2 C_{p2} D_2$$

Ou en considérant les débits massiques $\Delta = \rho D$

$$Q = C_{p1} \Delta_1 = C_{p2} \Delta_2$$

soit :

$$(19) \quad \frac{C_{p1}}{C_{p2}} = \frac{\Delta_2}{\Delta_1} .$$

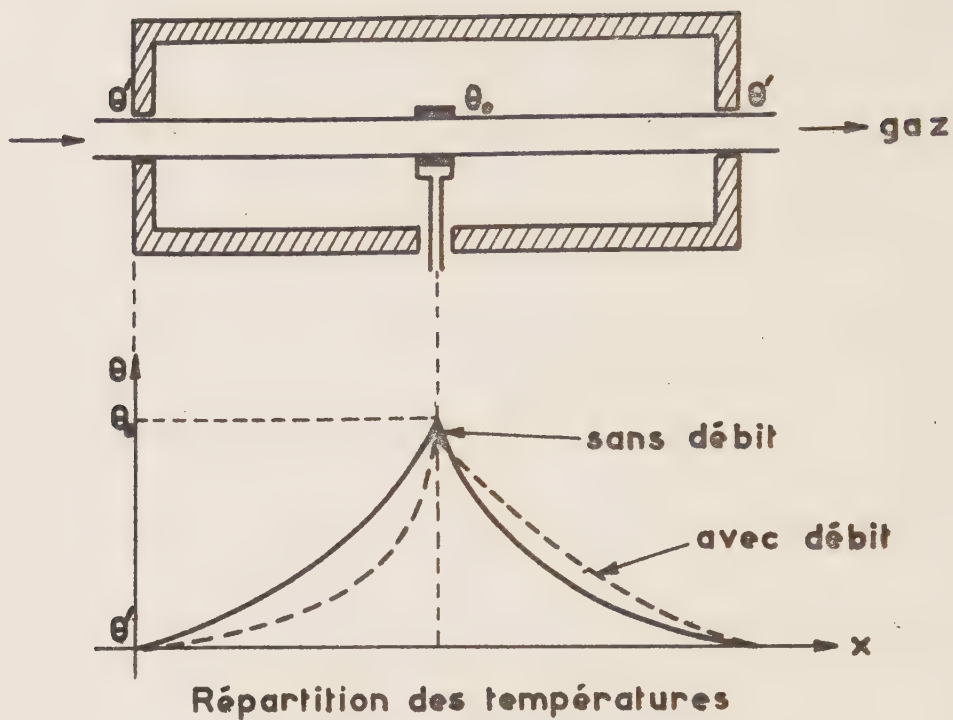


Fig. 3.

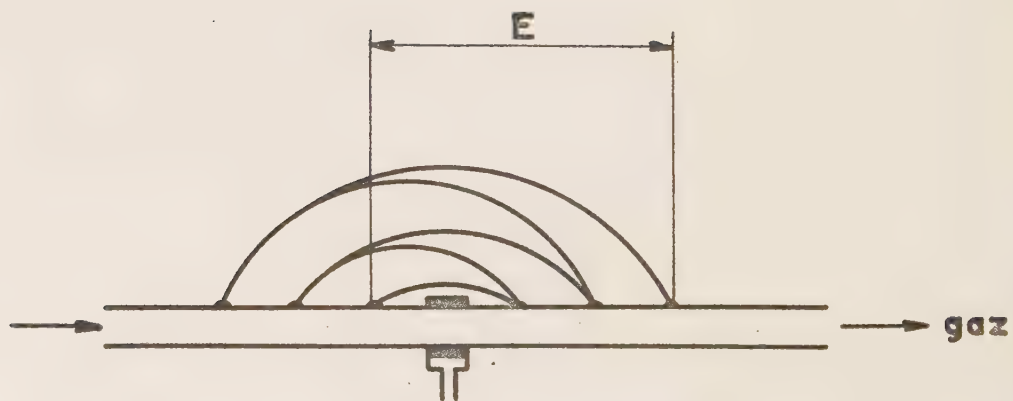


Fig. 4

PRINCIPE ET REALISATION D'UN MICRODEBITMETRETHERMIQUE DIFFERENTIELDISPOSITIFS DE MESUREA - PRINCIPE

La plupart des débitmètres thermiques sont constitués de la façon suivante : (figure 3).

Un tube à paroi mince, chauffé en son milieu, par un fil résistant, est enfermé dans un bloc conducteur, de telle façon que ses extrémités soient à la température θ' (3).

En l'absence de débit, la courbe de répartition des températures à la surface du tube est symétrique par rapport au plan de la bobine, comme le montre la figure 3. En régime d'écoulement permanent, cette répartition est perturbée et la moitié amont du débitmètre est refroidie, tandis que la partie aval se réchauffe. La dissymétrie de la courbe de répartition de la température du fluide est fonction de la capacité calorifique du gaz, par conséquent de son débit massique et de sa chaleur spécifique. Le déséquilibre thermique est alors une mesure de débit.

Au lieu de mesurer les températures, en deux points symétriques par rapport au centre, à l'aide de deux soudures thermoélectriques, comme il a été fait jusqu'à présent, il est préférable de mesurer la température du tube tout au long de celui-ci en utilisant une multitude de thermocouples montés en série comme l'indique la figure 4, et isolés

électriquement du tube.

La pile thermoélectrique ainsi réalisée offre plusieurs avantages : elle permet d'obtenir une sensibilité plus importante que celle ne comportant que 2 soudures, par intégration de la température du tube sur une longueur importante de celui-ci. D'autre part, on réalise à tout instant une mesure différentielle entre les températures du tube en amont et en aval de l'élément chauffant.

Le montage de la figure 4 conduit à un encombrement assez important ; de plus il nécessite un grand nombre de liaisons thermoélectriques qui se croisent le long du tube.

Pour supprimer ces inconvénients, on peut recourber le tube selon le processus de la figure 5 ; partant de la position initiale (I), on est conduit à la position finale (F), l'on voit alors que d'une part l'encombrement est réduit et d'autre part que les thermocouples sont regroupés et ont tous la même longueur. La figure 6 représente le schéma de principe du microdébitmètre thermique différentiel.

B - REALISATION

Une vue éclatée du microdébitmètre thermique différentiel basé sur le principe précédent est représentée figure 7.

I - LE CIRCUIT DES GAZ ET LE BLOC-CALORIMETRE

La canalisation dans laquelle circule le gaz, à l'intérieur du débitmètre, a la forme d'un U, et est constituée de trois parties :

Les deux parties rectilignes sont des tubes 1 de Nickel de 5 mm de diamètre et de faible épaisseur, tandis que la partie coudée 2, portant l'élément chauffant 3, est en matière isolante (afcodur) ; ainsi les tubes de nickel sont isolés thermiquement de l'élément chauffant et leur échauffement n'est dû qu'au passage du fluide, et non à la conduction

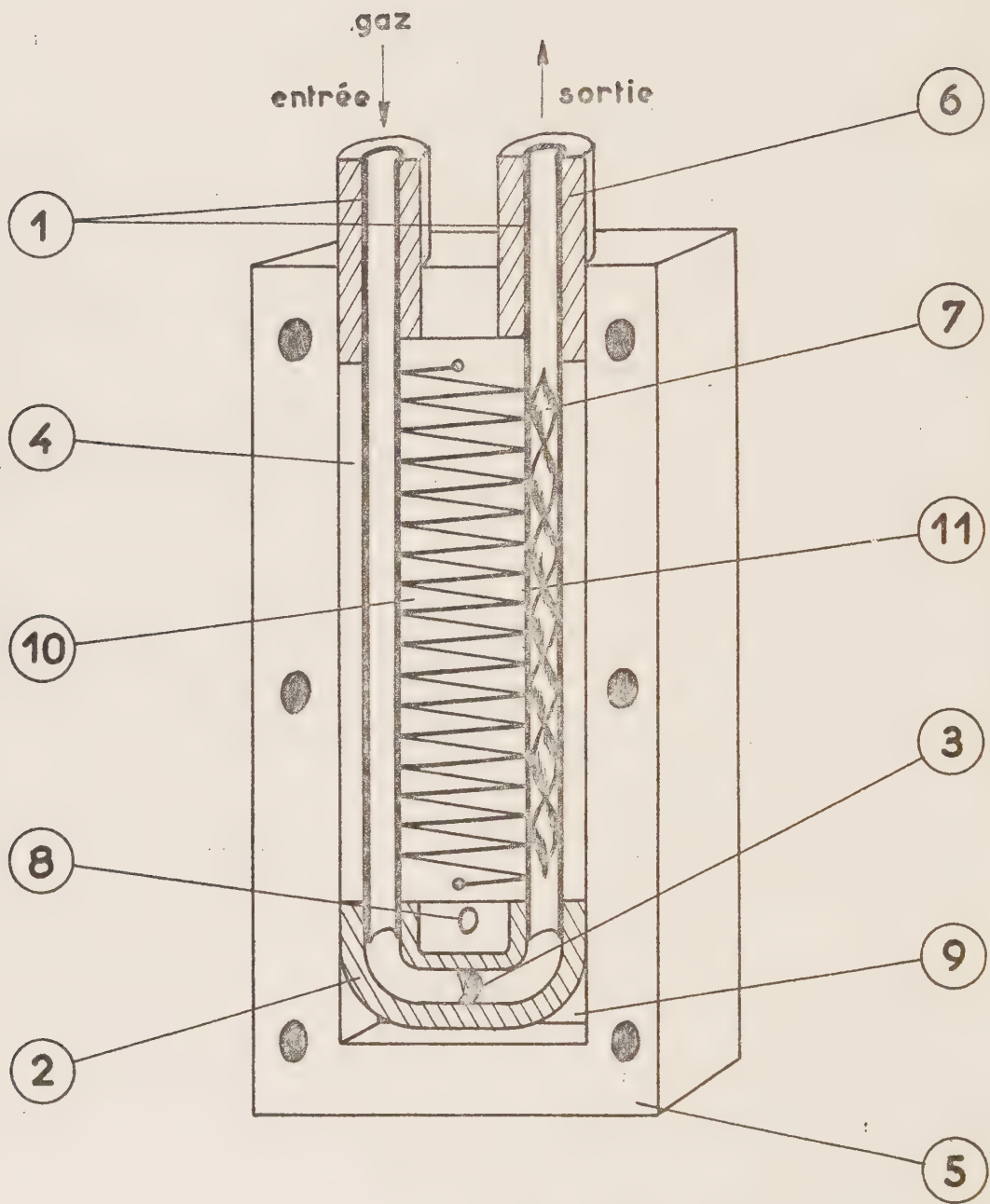


Fig. 7

thermique. Ces tubes sont maintenus en position dans les gorges 4 pratiquées dans le bloc métallique 5, d'une part par le coude en afcodur 2, d'autre part par des manchons 6 également en afcodur, et qui constituent les entrée et sortie du débitmètre.

Une chicane 7 placée dans le tube de sortie améliore les échanges thermiques entre le fluide et le tube. Une sortie de fils 8 est pratiquée dans l'évidement 9, contenant le coude chauffant ; elle permet de relier l'élément chauffant à son alimentation électrique, et les thermocouples au galvanomètre enregistreur.

Le bloc métallique est composé de 2 parties identiques maintenues ensembles par des vis.

II - LE DETECTEUR : LA PILE THERMOELECTRIQUE

Le détecteur est constitué par une trentaine de thermocouples Chromel-Alumel montés en série sur une plaquette de mica de 18 x 80mm. (12) (13) (14). Cette barrette porte-thermocouples 10 s'encastre très exactement dans un évidement du bloc métallique, entre les deux tubes de nickel. L'isolement électrique ~~est~~ entre les soudures thermoélectriques et les tubes de nickel est obtenu à l'aide d'une mince couche d'isolant 11 (Mylar de 4/100) appliquée sur le tube. Le contact soudures - tubes est assuré par pression.

A l'aide de ce dispositif, on a, à tout instant, une force électromotrice fonction de la différence de température du gaz entre son parcours d'entrée dans le débitmètre et son parcours de sortie après ~~son~~ échauffement dans le coude.

III - LE CIRCUIT DE CHAUFFAGE

L'élément de chauffage est une grille placée en travers de l'écoulement du fluide. Cette grille chauffante est constituée par du fil

SCHEMA DE L'INSTALLATION D'ETUDE DU DEBITMETRE

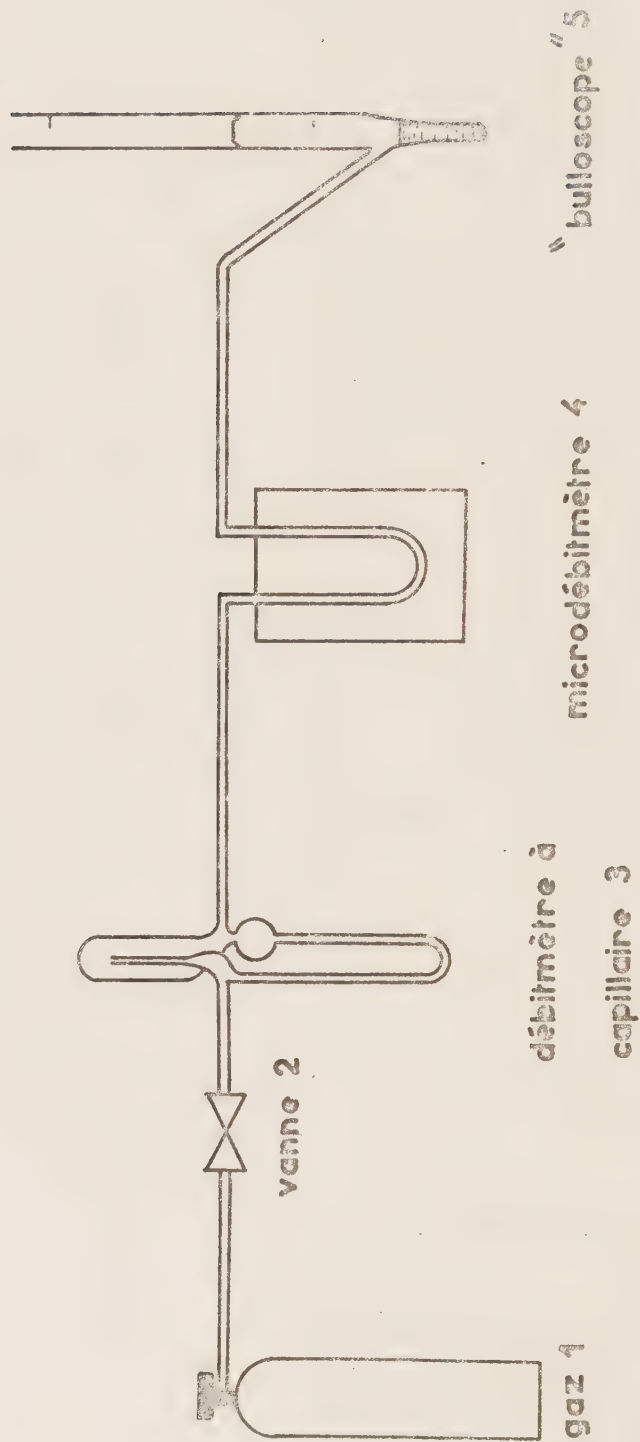


Fig. 6

résistant en alliage RNC Super-Imphy de 1/10 mm de diamètre. Elle a une résistance à froid de 13Ω . Elle est alimentée par une batterie d'accumulateurs de 6 V. Le réglage du courant se fait à l'aide d'un potentiomètre $100 \Omega - 25 W$.

C - DISPOSITIF DE MESURE

Le schéma de l'installation est donné figure 8. Le débit de gaz, obtenu à partir d'une bouteille à haute pression 1, est réglé par une vanne 2. Ce débit est contrôlé à l'aide d'un débitmètre à capillaire 3 et mesuré par la méthode du film de savon. Le débitmètre 4 à étudier et à étalonner est inclus entre le débitmètre à capillaire et le "bulloscope" 5.

I - CONTROLE DU DEBIT : DEBITMETRE A CAPILLAIRE (5) (15)

La faible importance des débits mesurés nécessite l'emploi d'une vanne à réglage très fin. Nous avons utilisé à cet effet une vanne à aiguille Edwards LB2A.

Le contrôle du débit créé par la vanne est aisé à l'aide d'un débitmètre à capillaire interchangeable à huile. Le capillaire est choisi suivant les débits à contrôler ; toute variation de débit, entraîne une variation de la hauteur d'huile et permet de s'en rendre compte.

II - MESURE DU DEBIT : METHODE DU FILM DE SAVON

La mesure des faibles débits se fait commodément en utilisant une pipette jaugée ou une burette dans laquelle le gaz fait avancer une cloison constituée par un film d'eau savonneuse (15). On chronomètre le temps mis par la cloison liquide pour circuler d'un trait de repère à l'autre. Les deux précautions à observer sont de maintenir la paroi

intérieure uniformément mouillée par la solution de savon et de purger la pipette préalablement à toute mesure, afin d'avoir une atmosphère de même nature de part et d'autre du film mobile.

III - MESURE DE LA F.E.M. FOURNIE PAR LA THERMOPILE

La F.E.M. fournie par les thermocouples est enregistrée à l'aide d'un galvanomètre enregistreur SEFRAM. Type GRAPHISPOT GRVAT à sensibilité variable par simple commutation.

ESSAIS SYSTEMATIQUESRESULTATS EXPERIMENTAUXA - PARAMETRES

Il est évident que le fonctionnement du microdébitmètre et sa sensibilité dépendent de nombreux facteurs qui déterminent ses caractéristiques. Le prototype, dont le principe et la réalisation ont été présentés au chapitre II, est le résultat de nombreux essais systématiques portant sur l'influence des différents paramètres : électriques, mécaniques ou autres.

I - LES PARAMETRES MECANIQUES

Ils portent sur la conception et sur la nature et les dimensions des matériaux utilisés.

- La nature des tubes métalliques intervient par le coefficient de conductibilité thermique du matériau. Après divers essais, nous avons choisi le Nickel pour ses propriétés thermiques.

- La section des tubes est une caractéristique importante. En effet, la formule 17 du chapitre I montre que l'abaissement de température du gaz

après son passage sur la grille chauffante est fonction du débit, donc de sa vitesse et en conséquence de la section du tube.

- L'isolement des tubes de Nickel agit sur la sensibilité du débitmètre suivant qu'ils sont gainés d'une matière isolante ou non, ce qui a pour effet de modifier les conditions d'échange de chaleur entre le fluide et les tubes.
- La distance que parcourt le gaz de l'élément chauffant à la cellule de mesure est importante également, puisqu'on a vu au chapitre I que le régime dynamique n'était établi qu'après un parcours de 5 à 6 fois le diamètre du tube après l'élément chauffant.
- L'utilisation d'une chicane, placée dans le tube de sortie du débitmètre sur le parcours du gaz, peut modifier l'échange de chaleur et agir comme ^{un} échangeur thermique qui améliore la sensibilité.

II - LES PARAMETRES ELECTRIQUES

La cellule thermoélectrique et l'élément de chauffage constituent les organes essentiels du microdébitmètre.

- Le chauffage peut être extérieur ; ceci est intéressant, car les éléments actifs de l'appareil n'ont aucun contact direct avec le fluide, et le débitmètre peut être utilisé pour des gaz corrosifs. Par contre, si le chauffage interne limite les possibilités d'utilisation de l'appareil, il a l'avantage d'augmenter considérablement sa sensibilité.
- La puissance électrique dissipée dans la résistance chauffante influe sur la sensibilité, puisqu'elle modifie la température θ_0 que prend le fluide au passage sur l'élément chauffant.

- Le nombre et la nature des thermocouples de la pile thermoélectrique ont une grande importance ; la cellule est composée d'une trentaine de thermocouples, soit Platine - Platine Rhodié, soit Chromel - Alumel.

III - LES PARAMETRES EXTERIEURS

Appelés ainsi, parce qu'ils n'interviennent pas dans la construction du débitmètre, mais dans son utilisation.

- La température ambiante peut avoir une influence sur la sensibilité de l'appareil.
- L'étalonnage, pour un gaz donné, dépend de ses constantes physiques : sa densité, sa masse spécifique, sa chaleur spécifique à pression constante. Le tableau suivant donne les différentes constantes physiques des gaz que nous avons utilisés. (16) (17) (18).

Gaz	Chaleur spécifique C_p à 60°C Cal.g ⁻¹ .d°C ⁻¹	Densité/Air	Masse ρ g.l ⁻¹	ρC_p
Argon	0,124	1,38	1,787	0,222
Azote	0,2438	0,967	1,25	0,305
Air	0,241	1	1,293	0,3116
CO ₂	0,216	1,53	1,98	0,427
Hydrogène	3,45	0,00695	0,0898	0,310
Oxygène	0,222	1,105	1,429	0,317

Nous nous sommes attachés à essayer le débitmètre avec des gaz ayant des chaleurs volumiques (ρC_p) assez différentes, puisque, pour un même débit, la formule (17) du chapitre I nous montre, qu'à une abscisse x donnée, l'abaissement de température du gaz est fonction du produit ρC_p . C'est

ce qui nous a fait éliminer de nos essais l'hydrogène et l'oxygène, car ces deux gaz ont des chaleurs volumiques ρC_p voisines de celle de l'air comme le montre le tableau précédent. D'après la remarque du chapitre I, on peut écrire pour un même débit de deux gaz différents :

$$(19) \quad \frac{C_{p1}}{C_{p2}} = \frac{\Delta_2}{\Delta_1}$$

Pour un abaissement donné de température des fluides - donc pour une f.e.m. E , fournie par le débitmètre - le rapport des chaleurs spécifiques de deux gaz différents est inversement proportionnel au rapport de leurs débits massiques.

On peut donc déduire la courbe d'étalonnage du débitmètre pour un gaz quelconque, à partir d'une courbe expérimentale obtenue avec un autre gaz connaissant les chaleurs spécifiques C_p de ces deux gaz.

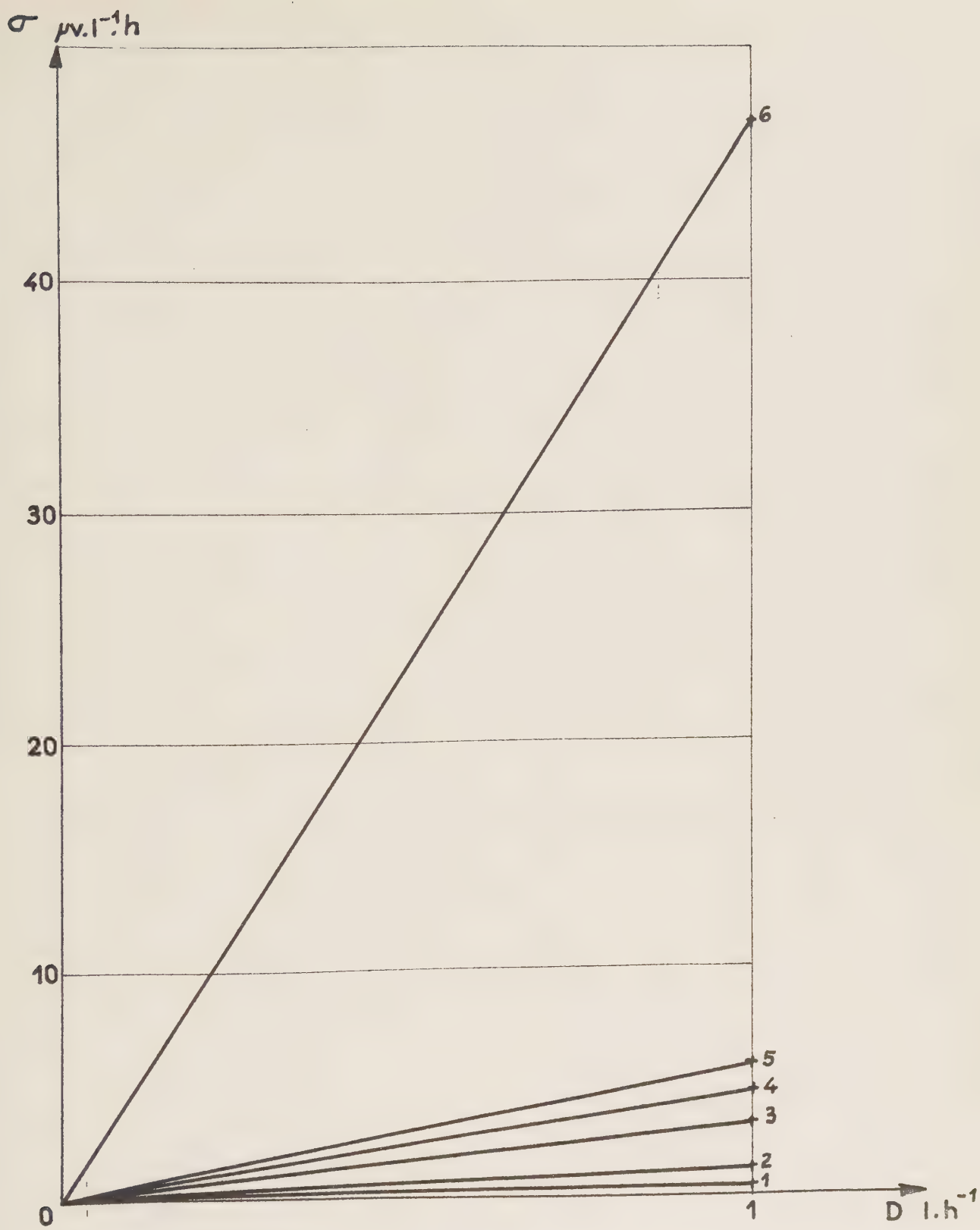
Si l'on porte la tension E en fonction du débit d'un fluide de capacité calorifique Q , les étalonnages effectués avec différents gaz doivent donner lieu à une courbe unique $E = f(Q)$.

B - ESSAIS PRELIMINAIRES

L'influence des différents paramètres : électriques et mécaniques est mise en évidence dans les essais suivants. A partir du premier prototype de débitmètre l'on s'est acheminé vers le prototype actuel par une série d'étapes dont les résultats sont consignés dans le tableau ci-dessous.

Dans le paragraphe A. 2 du présent chapitre, il est montré que la sensibilité du débitmètre est fonction de la puissance électrique dissipée dans l'élément chauffant. La tension E que délivre l'appareil est proportionnelle à la puissance électrique qu'on lui fournit.

Afin de pouvoir comparer entre eux, les différents débitmètres réalisés, les résultats ont été ramenés à une puissance électrique



Courbes de sensibilité Argon 0,33 Watt

Fig. 9

de 0,33 watt, puissance que l'on fournit réellement au dernier prototype.

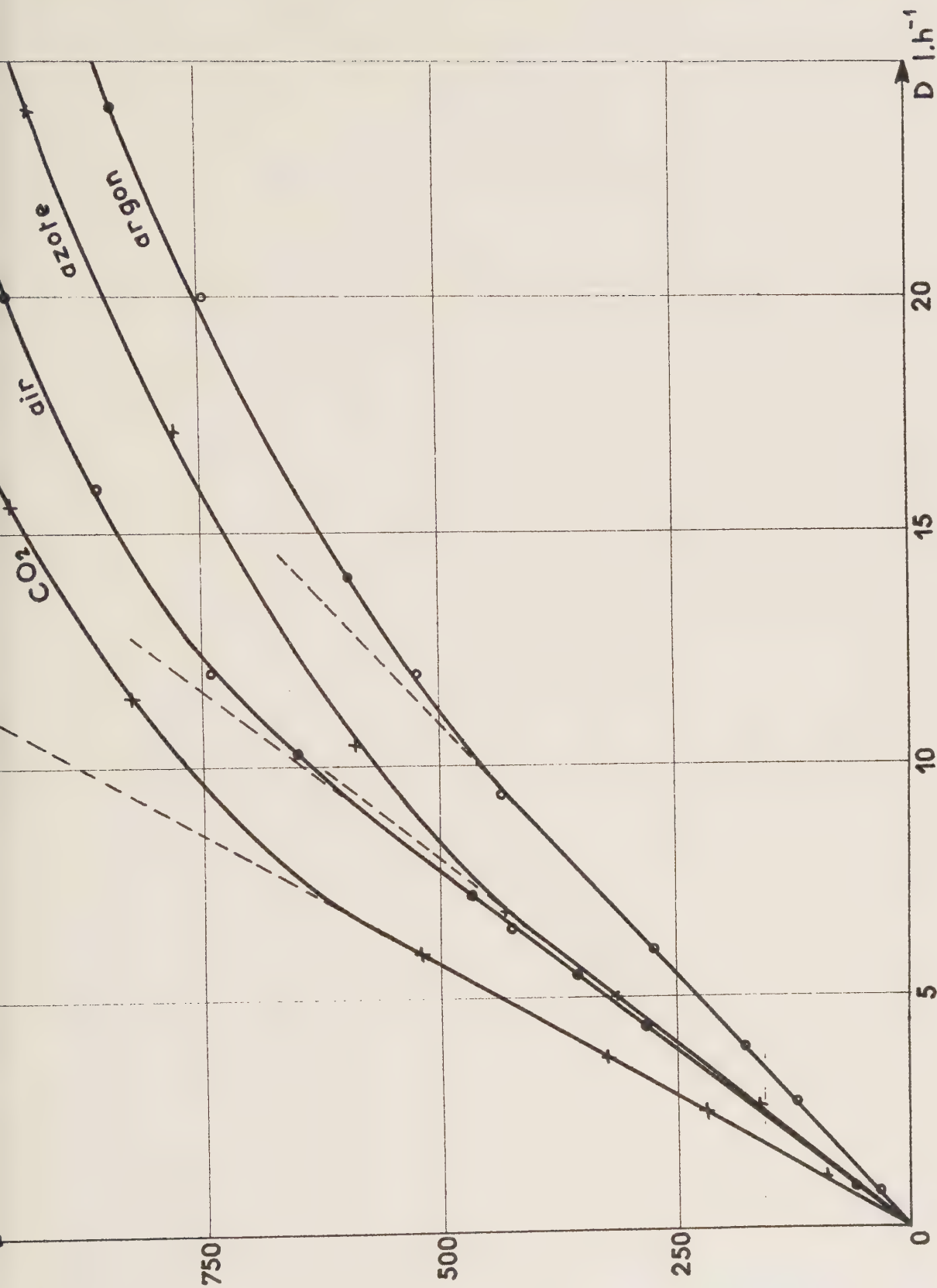
Les essais ont été faits avec de l'Argon

N°	Diamètre des tubes mm	Thermo- couples	Chauffage	Caractéristiques diverses	Sensibi- lité : $\mu V \cdot l^{-1} \cdot h$	Améliora- tions suc- cessives
1	10	Pt-Pt-Rh	externe	Tubes gainés d'afcodur	0,3	
2	5	"	"	"	1,2	x 4
3	"	"	interne	"	3,15	x 2,6
4	"	"	"	- tubes gainés - chicane en hélice	4,55	x 1,45
5	"	"	"	- chicane en hélice - tubes non gainés	5,65	x 1,24
6	"	Chr. Alu	"	"	46	x 8,2

Le graphique de la figure 9 symbolise les différentes améliorations de sensibilité de l'appareil. Entre le dernier et le premier prototype, nous enregistrons un gain de sensibilité de 153.

C - ESSAIS SYSTEMATIQUES - RESULTATS EXPERIMENTAUX

Des essais systématiques du dernier prototype ont été entrepris concernant son fonctionnement suivant le gaz utilisé, la puissance électrique fournie, la température ambiante. De plus la stabilité



Courbes d'étalonnage 0,33 Watt

Fig. 10

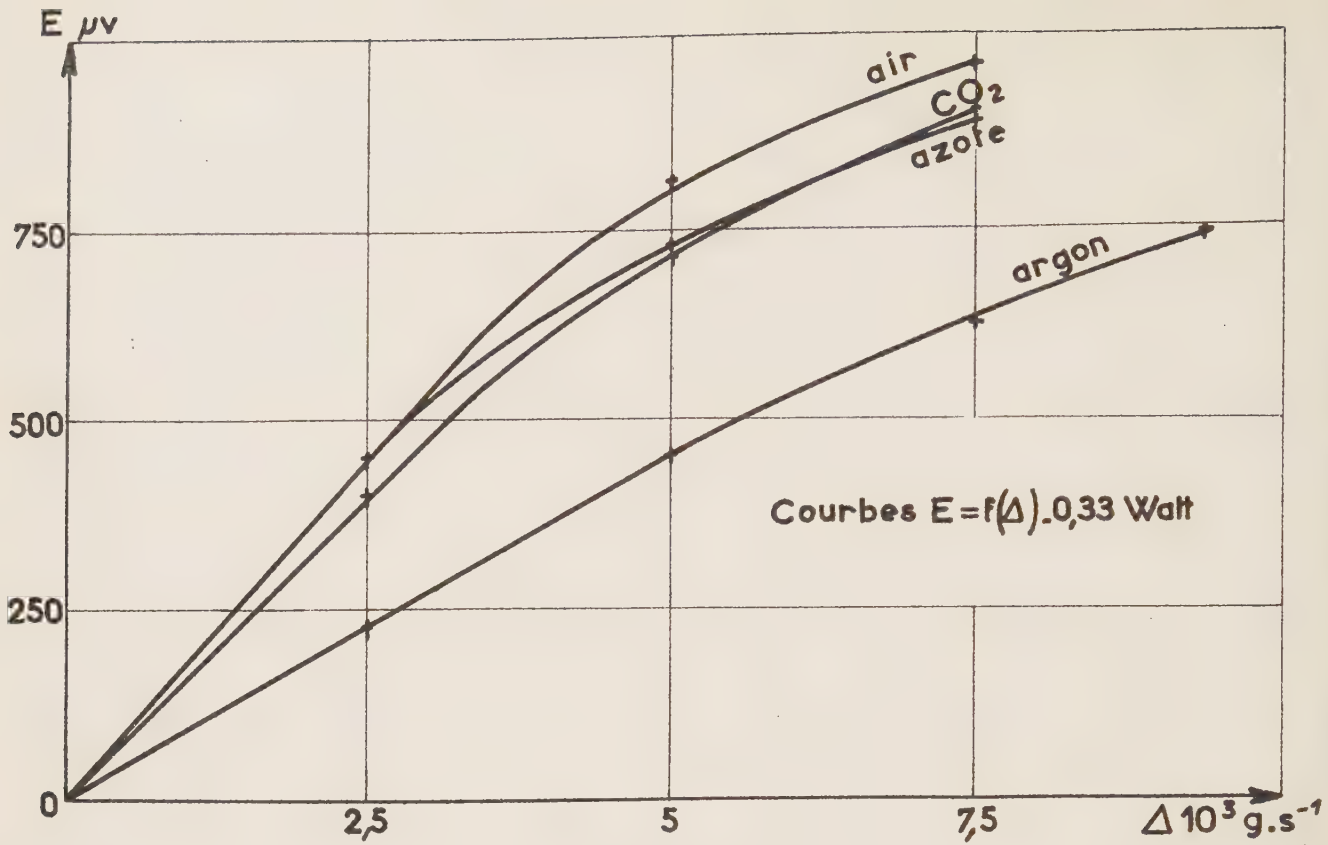


Fig. 11

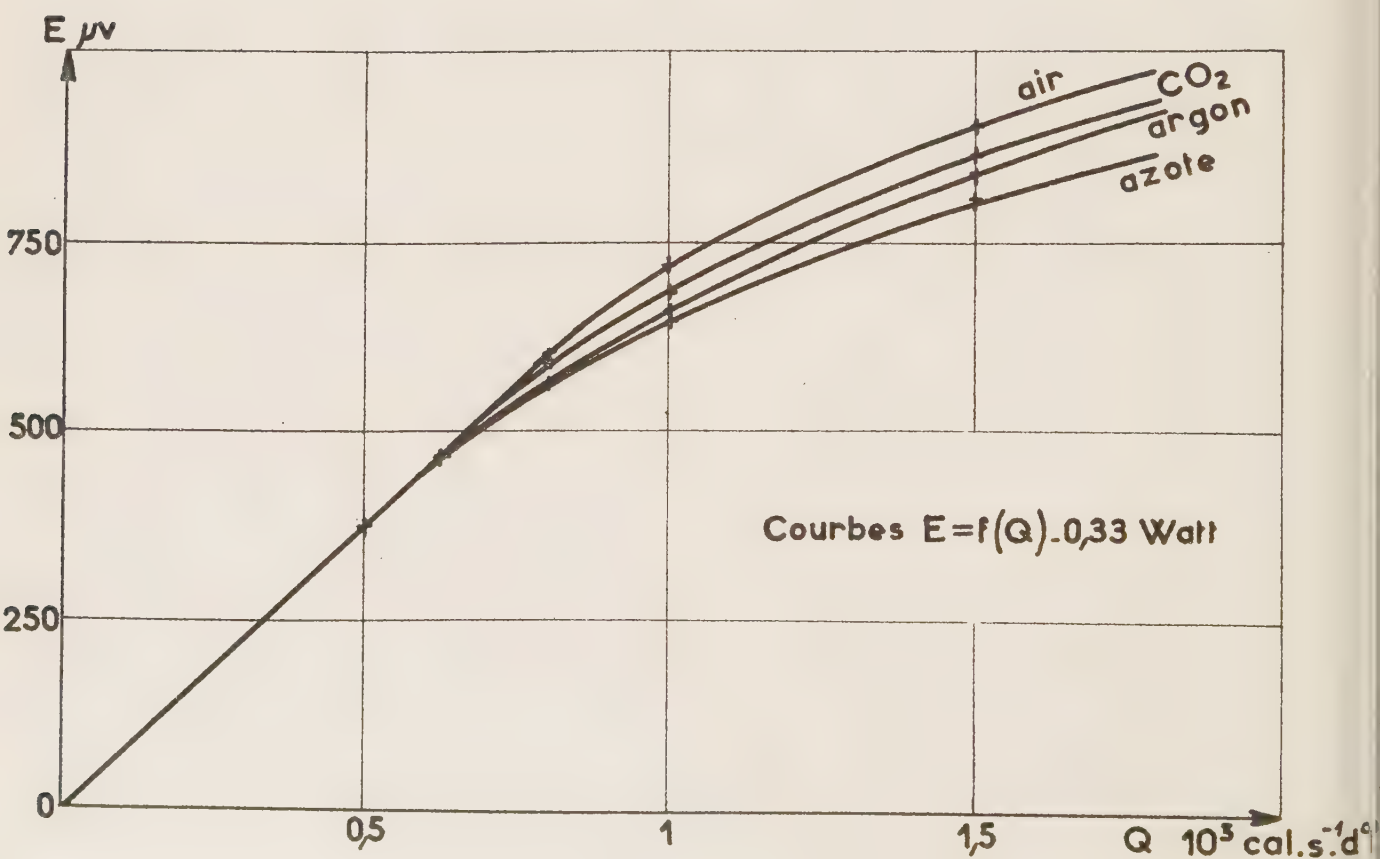


Fig. 12

de la mesure, la précision, la constante de temps ont fait l'objet d'études particulières.

I - VARIATION DE LA SENSIBILITE EN FONCTION DE LA NATURE DU GAZ

Les conditions d'expérimentation sont les suivantes :
puissance électrique dissipée de 0,33 watt, température ambiante de 23°C,
débits variables de 0 à 25 l.h⁻¹.

Les courbes d'étalonnage du débitmètre pour différents gaz sont données figure 10. Elles présentent toutes une partie linéaire pour les faibles débits. Aux débits plus importants, nous avons une saturation qui diminue la sensibilité de l'appareil.

A partir des courbes d'étalonnages $E = f(D)$, de la figure 10, pour différents gaz, on peut tracer les courbes $E = f(\Delta)$, Δ étant le débit massique et les courbes $E = f(Q)$, Q représentant la capacité calorifique du fluide dissipée par unité de temps : $\rho C_p D$.

Les courbes $E = f(\Delta)$ de la figure 11 nous permettent de vérifier, dans les parties linéaires, les conclusions du paragraphe A.III du présent chapitre sur la proportionnalité des coefficients angulaires des courbes en fonction des chaleurs spécifiques. La courbe $E = f(Q)$ figure 12 nous montre que, tout au moins pour les faibles débits, l'on peut avoir une courbe d'étalonnage unique d'où l'on peut déduire toutes les courbes d'étalonnage de n'importe quel gaz, en connaissant seulement le produit ρC_p de celui-ci.

II - VARIATION DE LA SENSIBILITE EN FONCTION DE LA PUISSANCE ELECTRIQUE DISSIPEE

La température du fil résistant étant fonction de la puissance dissipée dans ce fil, la quantité de chaleur échangée entre le tube et le fluide est proportionnelle à la puissance.

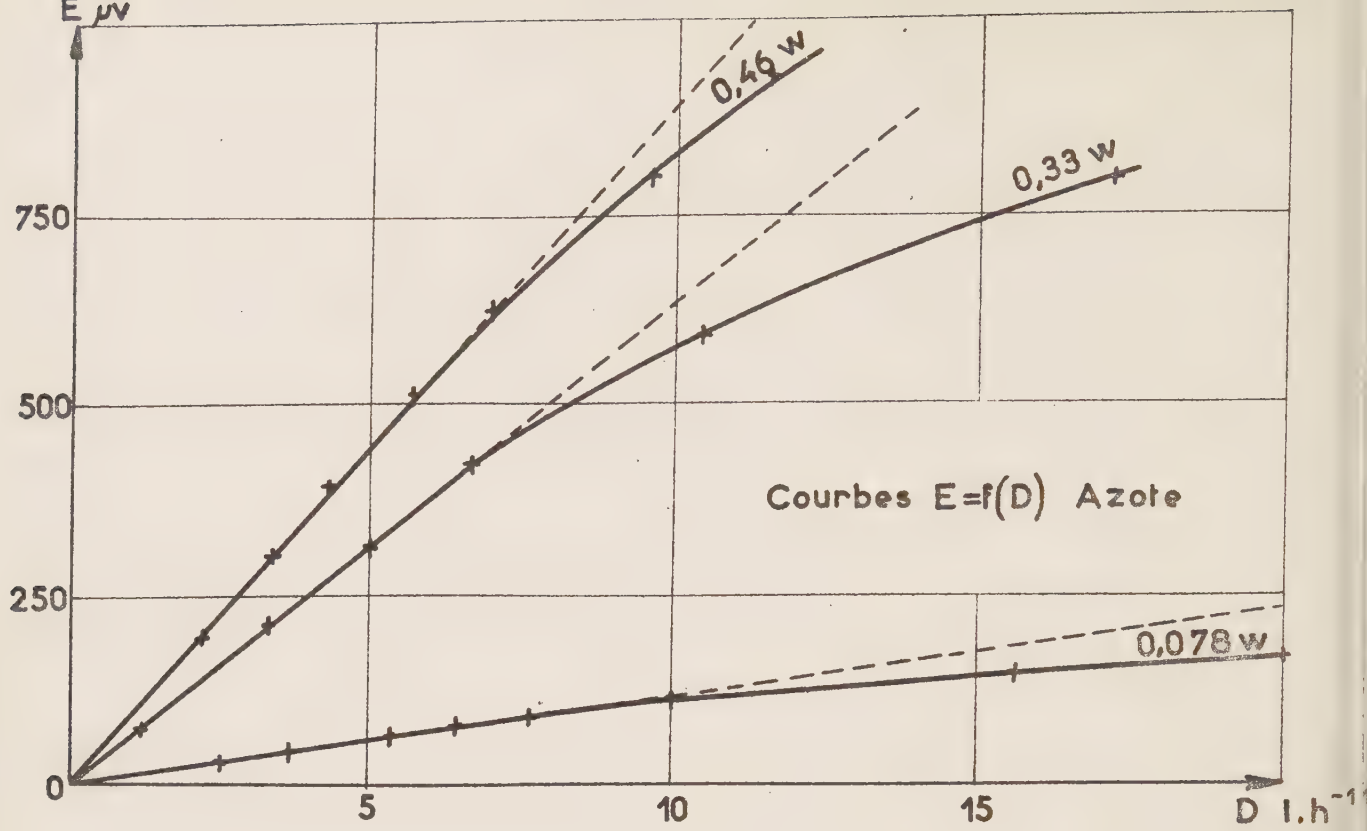


Fig. 13

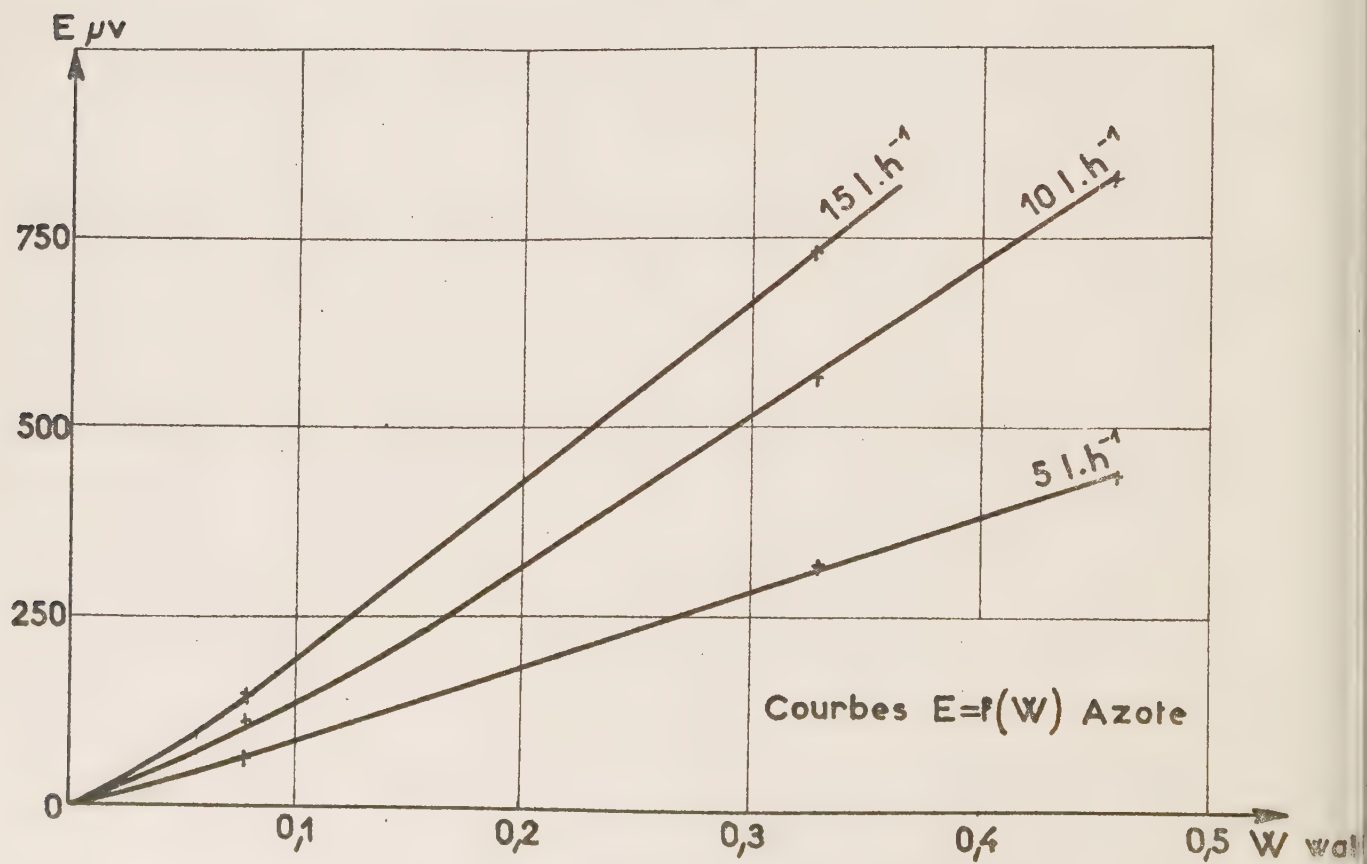


Fig. 14

Cette proportionnalité a été vérifiée au cours d'essais effectués avec de l'azote, à une température ambiante de 23°C.

Les courbes d'étalonnage avec des puissances variables sont représentées figure 13. La figure 14 représente les courbes de sensibilité à débit constant en fonction de la puissance électrique, déduites des précédentes.

III - VARIATION DE LA SENSIBILITE EN FONCTION DE LA TEMPERATURE AMBIANTE

Lorsque la température ambiante augmente, la sensibilité de l'appareil diminue.

En effet, des essais réalisés avec un débit d'azote à des températures de 23°C et de 28°C montrent que la sensibilité du débitmètre diminue de 3,5 % pour une élévation de 1°C de la température ambiante.

Cette faible diminution de la sensibilité est due aux variations en fonction de la température, de nombreux paramètres et en particulier : de la force électromotrice des thermocouples, de la chaleur volumique ρC_p des gaz, des échanges thermiques à l'intérieur du débitmètre.

IV - CONSTANTE DE TEMPS

Nous définissons ainsi le temps de montée à 50 % de la valeur finale pour un échelon-unité de débit appliqué à l'entrée. Comme tout appareil thermique, le microdébitmètre n'a pas une réponse instantanée ; la nature du gaz n'a pratiquement pas d'influence sur le temps de réponse du débitmètre pour un débit donné ; par contre la valeur de ce débit a une importance capitale.

Le temps de réponse est une fonction inverse du débit comme le montre la courbe de la figure 15, et tend vers une valeur minimum quand le débit augmente.

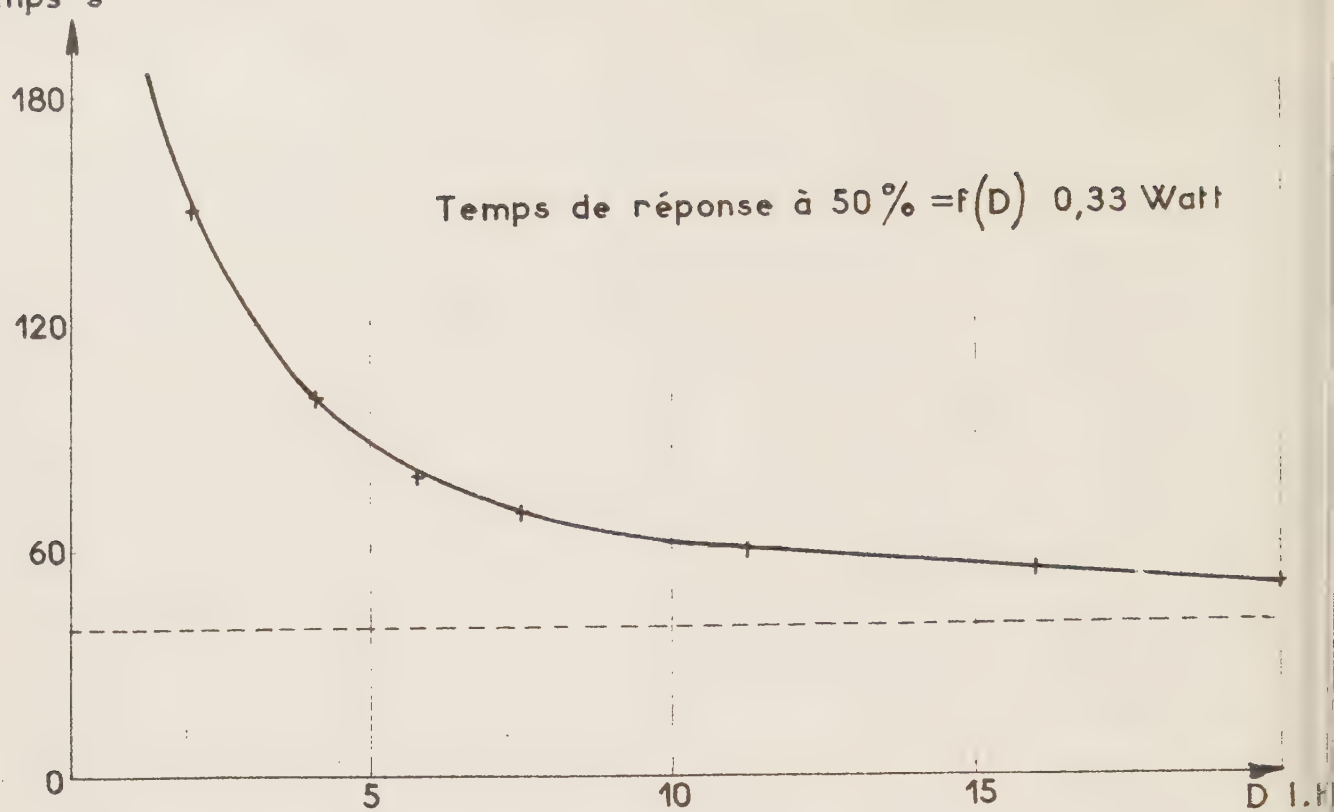


Fig. 15

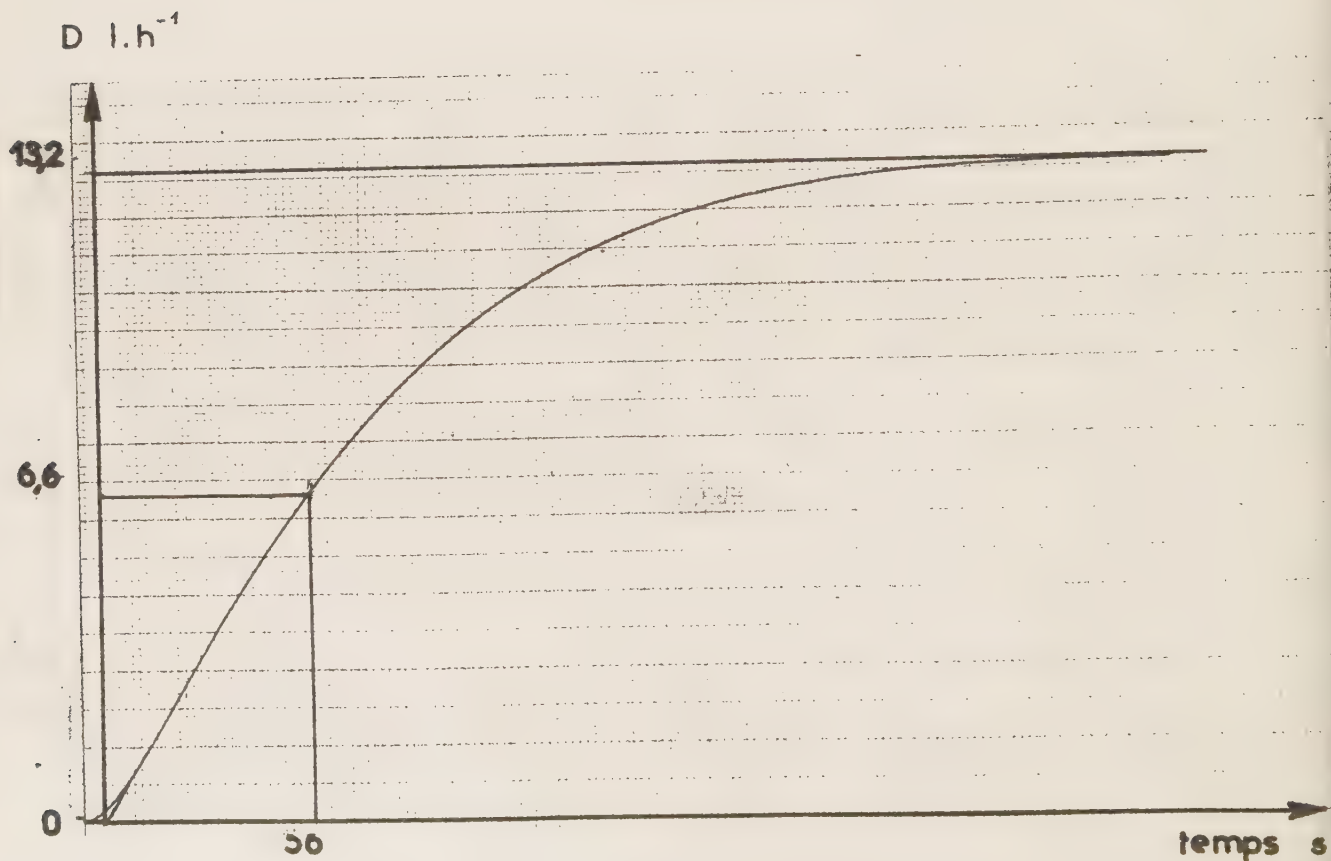


Fig. 16

La figure 16 représente l'enregistrement de la réponse du débitmètre à un échelon de débit.

V - PRECISION - STABILITE DANS LE TEMPS

Des essais effectués sur plusieurs heures, montrent que, pour un débit de 4 l.h^{-1} d'azote, la tension fournie par l'appareil fluctue de 0,5 % autour de la valeur moyenne. La précision est donc satisfaisante et la reproductibilité des indications de l'appareil pour un même débit est excellente.

VI - RESUME

Le tableau ci-dessous concentre les résultats et les caractéristiques du dernier prototype du micro-débitmètre thermique différentiel suivant la nature du gaz.

Gaz	Chauffage	Température ambiante	Sensibilité $\sigma \int \text{V.l}^{-1}.\text{h}$	Linéarité l.h^{-1}
Air	0,33 W	23°C	65	0 à 9
Argon	"	"	46	0 à 10
CO ₂	"	"	87,5	0 à 6
Azote	"	"	63,7	0 à 7

D - CONCLUSION

En conclusion, les différents essais effectués sur le microdébitmètre thermique différentiel nous permettent d'énoncer les caractéristiques et les propriétés de l'appareil.

- Le microdébitmètre permet la mesure de faibles débits avec une précision de $\pm 0,5 \%$.
- La mesure d'un débit se traduit par une tension électrique, facilement mesurable aux bornes de l'appareil.
- Le domaine d'utilisation est de quelques cm^3 à quelques dizaines de litres par heure.
- La plage de linéarité s'étend de 0 à une dizaine de litres/heure suivant les gaz.
- L'indication du sens de passage du fluide est fournie par la polarité de la tension mesurée.
- De faible encombrement et de poids négligeable, il n'a le plus souvent aucune pièce en mouvement.
- La puissance électrique consommée est très faible.

LE DOSAGE DES HYDROCARBURES GAZEUX PARCOMBUSTION CATALYTIQUEA - INTRODUCTION

Le montage élémentaire formé par le tube en forme de U, et par la pile thermoélectrique, nous a permis, par l'apport de calories au moyen d'un élément chauffant placé dans la partie médiane du U, de concevoir et de réaliser un microdébitmètre thermique différentiel. La cellule ainsi formée - tube en U et pile thermoélectrique - est susceptible de nombreuses applications, en particulier dans l'étude des hydrocarbures gazeux. Moyennant quelques modifications de ce système, il est possible d'étudier et de réaliser un doseur continu d'hydrocarbures gazeux en faisant intervenir, non plus les lois de la convection forcée de la chaleur en régime laminaire comme dans le cas de la débitmétrie, mais la combustion catalytique des hydrocarbures gazeux sur filament de platine incandescent.

B - LA COMBUSTION CATALYTIQUEI - DEFINITION ET MECANISME

Certains matériaux, et notamment le platine, ont la propriété de provoquer, dans des conditions bien déterminées, la combinaison de l'hydrogène et de l'oxygène (19).

Rappelons qu'un catalyseur est considéré comme une substance, susceptible de provoquer, par sa seule présence, la transformation d'une masse importante de matière ; on le retrouve pratiquement intact à la fin de la réaction (20). Cependant il est possible qu'au cours du phénomène, le catalyseur puisse former avec certaines des substances présentes des composés transitoires.

Lorsque le catalyseur n'est pas soluble dans le système qu'il influence, on dit que la catalyse est hétérogène.

Pour la combustion catalytique sur une masse de platine portée à haute température, M.V. POLYAKOV admet l'existence d'un mécanisme hétéro-homogène (21) ; dans un premier temps, il suppose que le processus réactionnel débute à la surface du catalyseur solide (phase hétérogène), et se continue ensuite en phase homogène gazeuse autour du filament.

POLYAKOV a constaté que le gaz combustible est bien plus chaud pendant la réaction que le catalyseur lui-même et que cet échauffement dépend de la surface du filament. Seul un mécanisme hétérohomogène peut expliquer une telle distribution des températures.

D'autres auteurs VAN'THOFF, SABATIER, ARRHENIUS, TAYLOR ... ont émis plusieurs théories qui n'expliquent qu'un aspect de la combustion catalytique sur platine, et à l'heure actuelle il n'est pas encore possible d'avancer une théorie complète satisfaisante (20).

II - LE CATALYSEUR

Les fils de platine vierge chauffés à haute température dans un mélange de méthane et d'air n'atteignent pas immédiatement leur maximum d'activité catalytique (22).

L'effet "d'activation" de la surface du filament est fortement influencé par la composition du métal, sa texture, la température à laquelle on le chauffe dans le mélange combustible, ainsi que les divers traitements mécaniques et thermiques préalablement subis.

En général, les filaments de platine sont chauffés à très haute température pendant un temps très court, afin de leur faire acquérir au départ une activité sensiblement constante dans les combustions qu'ils catalysent par la suite.

En l'absence de traitement préalable, l'activité d'un filament de platine, faible au début de l'opération, croît jusqu'à un maximum qui dépend de nombreux facteurs tels que la température du fil, la concentration en gaz combustible, etc ...

Les conclusions des essais entrepris par Ch. EYRAUD, DOMANSKI et DE MOURGUES sont les suivantes : (22)

- à une température donnée, l'activation du platine est d'autant plus forte que le métal est plus pur.
- à un degré de pureté égal, un filament activé à haute température est plus actif qu'un même filament activé à basse température.
- un chauffage préalable, dans un gaz, en l'absence de phénomènes de combustion catalytique, prédispose le filament à une activation plus rapide.

III - CONSTITUTION DES MELANGES

Le mélange gazeux étudié contient en proportions réglables un combustible : le méthane ou un autre hydrocarbure et l'air (15) comme comburant.

Avant de procéder à la combustion du mélange, il convient de connaître les compositions permises, c'est-à-dire celles qui donnent lieu à une combustion ménagée et non à une propagation d'une flamme dans tout le volume, avec risque d'explosion.

Il existe deux limites en dehors desquelles le mélange est trop pauvre en l'un ou l'autre des constituants pour permettre l'entretien

d'une réaction en chaîne.

Dans le cas du méthane, les limites inférieure et supérieure dans l'air sont de 5 % et de 15 % en volume. (23)

On se limitera donc à un taux inférieur à 5 % en volume de méthane dans l'air, afin d'éviter tout risque d'explosion.

C - LE DOSAGE DES HYDROCARBURES

Il n'a pas été possible jusqu'à présent de trouver une méthode chimique pour absorber ou même caractériser les hydrocarbures saturés à cause de leur grande inertie chimique. Leur détection ne peut se faire qu'en utilisant une propriété physique, telle que :

- 1) La variation de l'indice de réfraction suivant la composition du mélange. Cette variation est mesurée à l'aide d'un interféromètre optique ; c'est le principe du grisomètre RIKEN (24).
- 2) L'échange par osmose à travers une paroi poreuse entre deux chambres contenant l'une le mélange, l'autre de l'air pur. Il s'établit alors une différence de pression transitoire entre les 2 chambres, qui sera indiquée par un manomètre en U directement gradué en pourcentage de méthane. Le grisomètre PS 50 de NELLISEN (25) est basé sur ce principe.
- 3) Le rapport de densité de deux gaz étant inversement proportionnel au carré de leur vitesse d'écoulement par une petite ouverture, on peut déterminer suivant ce principe la teneur en grisou d'un gaz par comparaison avec un gaz de référence : appareil de BUNSEN-SCHILLING (25).
- 4) Enfin il est possible de détecter les hydrocarbures dans un mélange en provoquant volontairement leur combustion. Il faut reconnaître que cette méthode de "mise à feu" ne paraît pas compatible avec le rôle protecteur d'un grisomètre ou d'un détecteur de gaz combustible.

La plupart des appareils en service utilisent la combustion ménagée par effet catalytique sur filament de platine porté à haute température. Le principe de ces doseurs est le suivant : le mélange à analyser, constitué par un gaz combustible et de l'air, est admis dans une enceinte comportant un filament de platine, porté par le passage d'un courant électrique à une température suffisamment élevée pour permettre la combustion catalytique (26) (27).

Ce filament constitue l'un des quatre bras d'un pont de Wheatstone. La variation de résistance résultant de l'élévation de température subie par le filament au cours de la combustion est ainsi décelable par le déséquilibre du pont.

K. WINTER (25) donne les principaux types de doseurs de méthane ou grisoumètres basés sur ce principe, avec leurs caractéristiques. Nous retiendrons que dans les types M.S.A. et Léon-Montluçon, qui ne diffèrent entre eux que par la conception de la chambre de référence, la mesure n'est pas continue ; le mélange air-méthane est introduit dans la chambre de combustion par aspiration *avant* chaque mesure.

Dans le doseur Ch. EYRAUD (27), c'est le même filament de platine qui sert à la mesure et à la référence, sur le même échantillon de gaz. Les variations de résistance du filament sont traduites en grandeur électrique par la charge de deux capacités. La mesure est ici semi-continue, le gaz étant aspiré et refoulé dans le même conduit par l'intermédiaire d'un piston. F. CROUZY (15) présente un montage légèrement différent à partir du doseur EYRAUD.

A partir de ces différents travaux, nous nous proposons d'étudier et de réaliser un doseur continu d'hydrocarbures gazeux, dans la gamme de 0 à 5 % en volume de gaz combustible dans l'air, et présentant des caractéristiques stables en dépit de la variation d'activité des filaments au cours du temps.

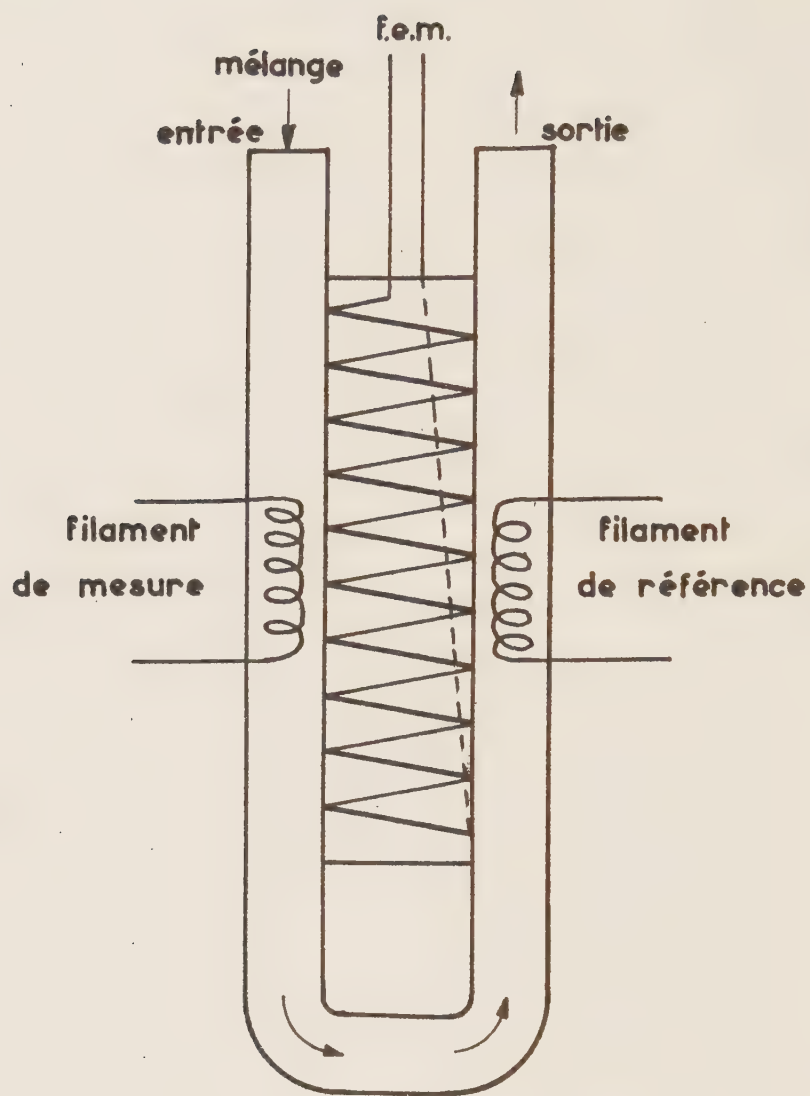


Schéma de principe

Fig. 17

PRINCIPE ET REALISATION D'UN DOSEUR CONTINUD'HYDROCARBURES GAZEUXDISPOSITIFS DE MESUREA - PRINCIPE

Dans l'appareil présenté, la mesure différentielle n'est plus effectuée sur deux masses distinctes : air et mélange air-méthane, mais sur la même masse de mélange, pendant et après la combustion. La cellule thermoélectrique réalise, à tout instant une mesure différentielle entre la température de la chambre-laboratoire et celle de la chambre-témoin. La figure 17 représente le schéma de principe du doseur continu d'hydrocarbures gazeux.

Les deux filaments de platine sont identiques et portés à la même température par le passage d'un courant électrique. Le mélange à analyser circule à travers le doseur à débit constant.

Lorsque le mélange passe sur le premier filament, le gaz combustible brûle sur le filament de platine selon les lois de la catalyse et provoque un échauffement du filament. Le gaz brûlé passe alors sur le deuxième filament sans provoquer de changement de température de celui-ci, si tout le gaz combustible a été brûlé auparavant. La limitation du débit gazeux à une valeur suffisamment faible, pour que la combustion soit totale, permet de réaliser cette condition, et d'autre part rend négligeables les effets des différences d'activité entre filaments.

DOSEUR CONTINU D'HYDROCARBURES GAZEUX (Echelle 1)

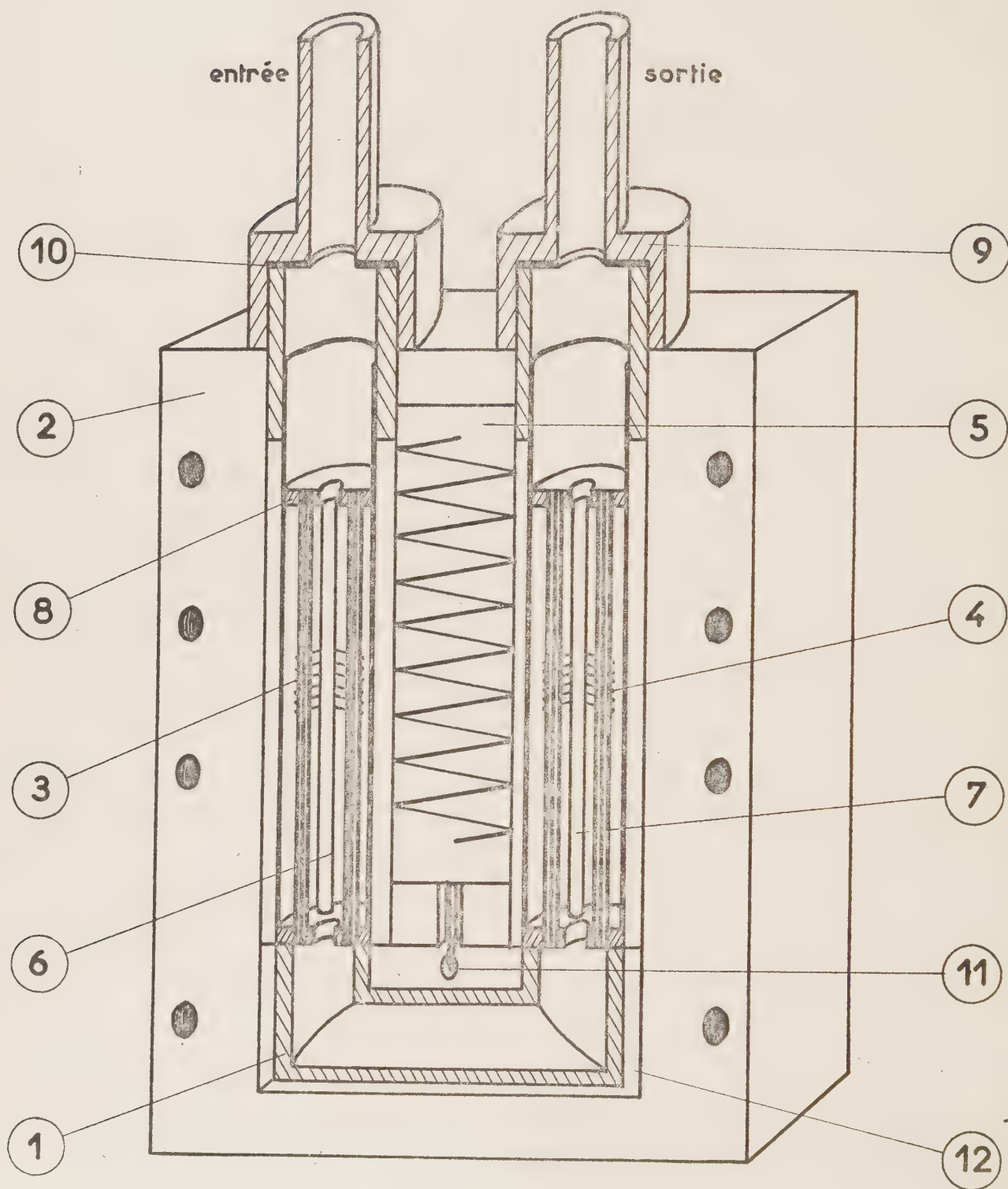


Fig. 18

L'écoulement continu du mélange gazeux permet l'établissement d'un régime permanent de combustion, se traduisant par un écart constant de température entre les deux chambres : laboratoire et témoin. L'élévation de température de la chambre-laboratoire, étant fonction de la quantité de méthane brûlé, la mesure de cet écart de température fournit la teneur en méthane du mélange.

B - REALISATION

I - LE CIRCUIT DES GAZ ET LE DETECTEUR

Le montage adopté pour la réalisation du doseur continu d'hydrocarbures gazeux est représenté figure 18.

Le gaz à analyser circule dans le tube 1 en forme de U réalisé en alumine et logé dans le bloc métallique 2. Le mélange rencontre dans la branche rectiligne d'entrée le filament de platine de mesure 3, sur lequel a lieu la combustion catalytique. Le gaz passe ensuite sur le filament de référence 4 et sort du doseur. Une barrette thermoélectrique différentielle 5 indique la différence de température entre la chambre-laboratoire 6 et la chambre-témoin 7.

Aux températures atteintes - de l'ordre de 1200°C - il est nécessaire de disposer d'un ensemble de détection rigide, réalisé en un seul et même matériau et possédant des contacts thermiques inamovibles. La cellule (tube en U et thermopile), est réalisée en alumine ; les soudures thermo-électriques sont au contact des tubes et noyées dans un ciment alumineux. La réalisation pratique de cet ensemble a été exposée en détail par M. RICHARD (14).

Les chambres : laboratoire et témoin sont délimitées à l'intérieur des tubes par les pièces porte filament 8, également en alumine. La barrette porte-couples a la même longueur que les pièces porte-filaments de façon à obtenir l'intégration de température sur toute la longueur des chambres.

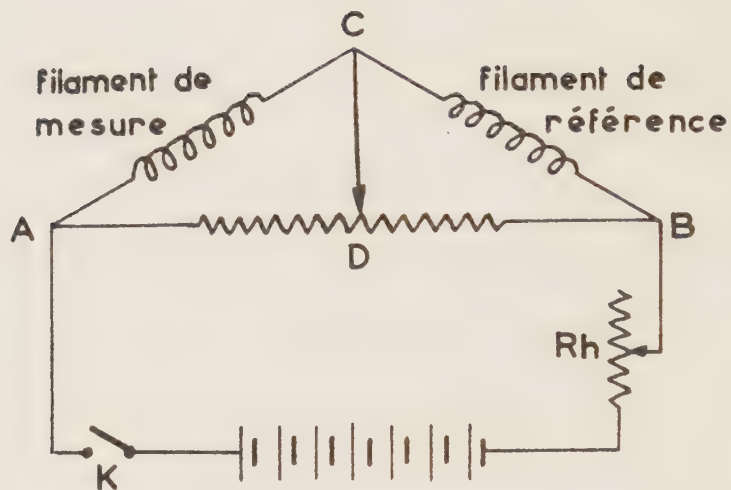


Fig. 19

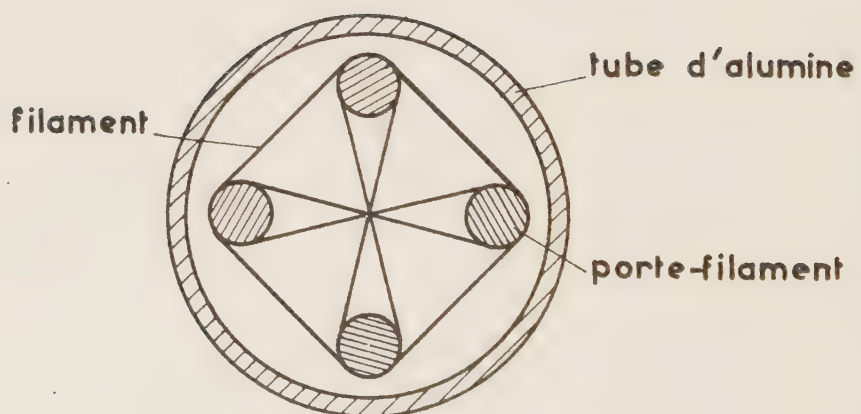


Fig. 20

Des raccords de réduction en laiton 9, munis d'un joint en téflon 10, permettent de raccorder le doseur à la canalisation dans laquelle circule la mélange à analyser. Les fils d'alimentation des filaments et les fils des thermocouples sortent du doseur par une issue 11, ménagée dans l'évidement 12 du bloc métallique.

Le bloc métallique se referme par une partie identique. Le doseur forme ainsi un ensemble de forme parallélépipédique.

II - LE CIRCUIT DE CHAUFFAGE

La figure 19 représente le schéma adopté pour l'alimentation des filaments de platine.

Après plusieurs essais, le chauffage des filaments par courant continu a été préféré au chauffage alternatif, pour sa simplicité et pour son indépendance vis à vis du secteur. Ainsi aucun phénomène extérieur n'a de répercussion sur la mesure.

Les filaments de platine ont 10/100 mm de diamètre et présentent une résistance de $0,7\Omega$ à la température ambiante. Ils sont montés dans un pont, de façon à annuler facilement la f.e.m. de la thermopile en l'absence de débit gazeux. En effet, les chambres : laboratoire et témoin doivent être à la même température. Cet équilibre thermique est réalisé, par l'équilibrage des puissances dissipées dans les deux filaments, en agissant sur le curseur du potentiomètre de la branche A D B.

Les filaments de platine sont bobinés sur les pièces porte-filaments en alumine, de façon à faciliter l'accessibilité de leurs surfaces par diffusion des molécules du gaz. La figure 20 montre le type de bobinage adopté.

SCHEMA DE L'INSTALLATION D'ETUDE DU DOSEUR

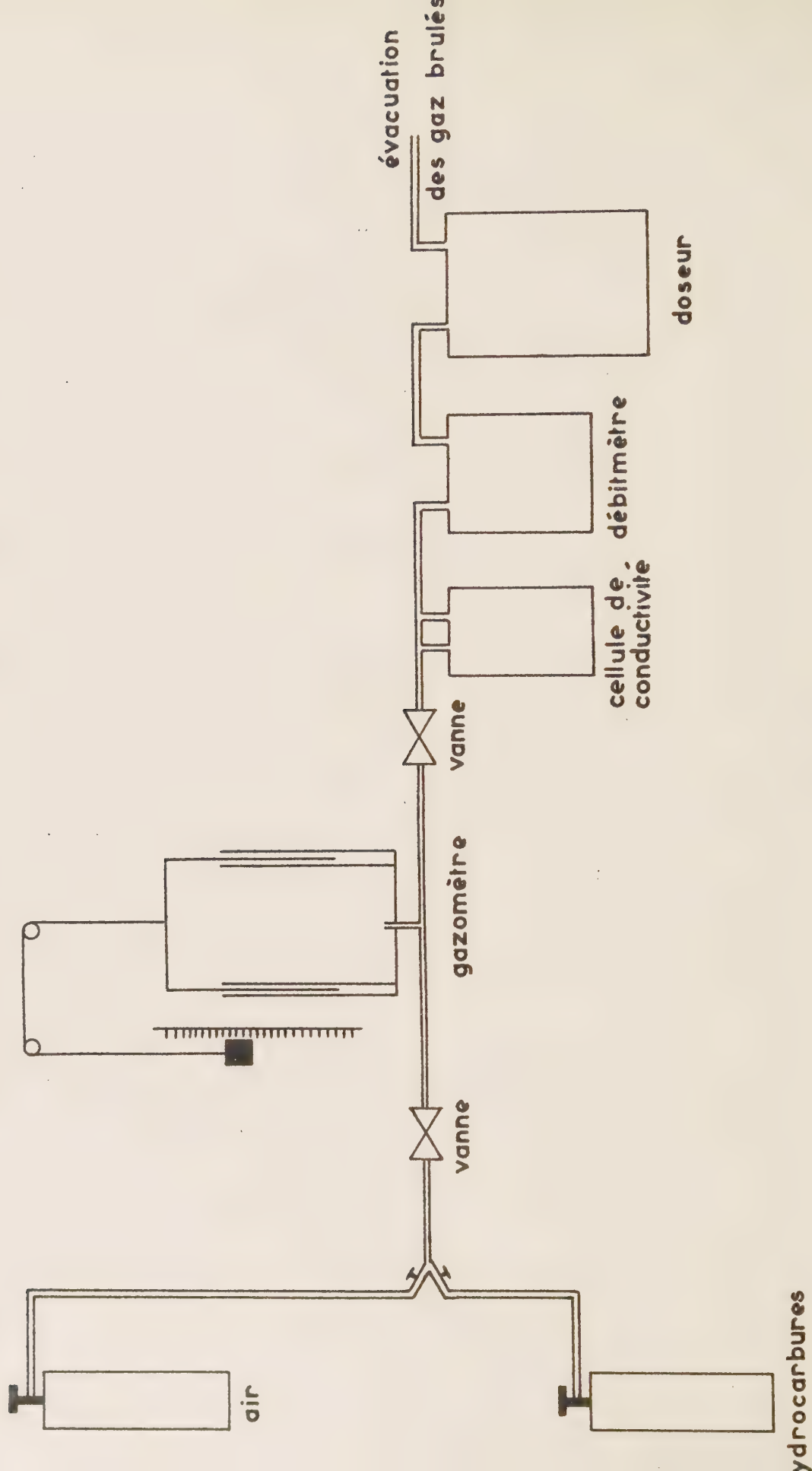


Fig. 21

C - DISPOSITIF DE MESURE

L'installation d'étude du doseur est représentée figure 21. Pour chaque série de mesures, l'étude du doseur s'effectue en deux temps : la préparation du mélange air-méthane d'une part et l'étalonnage proprement dit d'autre part.

I - PREPARATION DU MELANGE : LE GAZOMETRE

Il s'agit de réaliser un mélange : air-méthane constant à une pression voisine de la pression atmosphérique, aussi stable que possible. De telles conditions n'ont pu être satisfaites que par l'emploi d'un petit gazomètre de 60 litres -réalisé par J.C. SAPET (28) - rempli 12 à 24 heures avant le début de l'étalonnage du doseur.

Le gazomètre est constitué par une cloche cylindrique plongeant plus ou moins profondément dans une cuve remplie d'huile. Un contrepoids permet d'équilibrer la cloche et de maintenir constante la pression à l'intérieur de la cloche, donc de produire un débit constant de gaz (29).

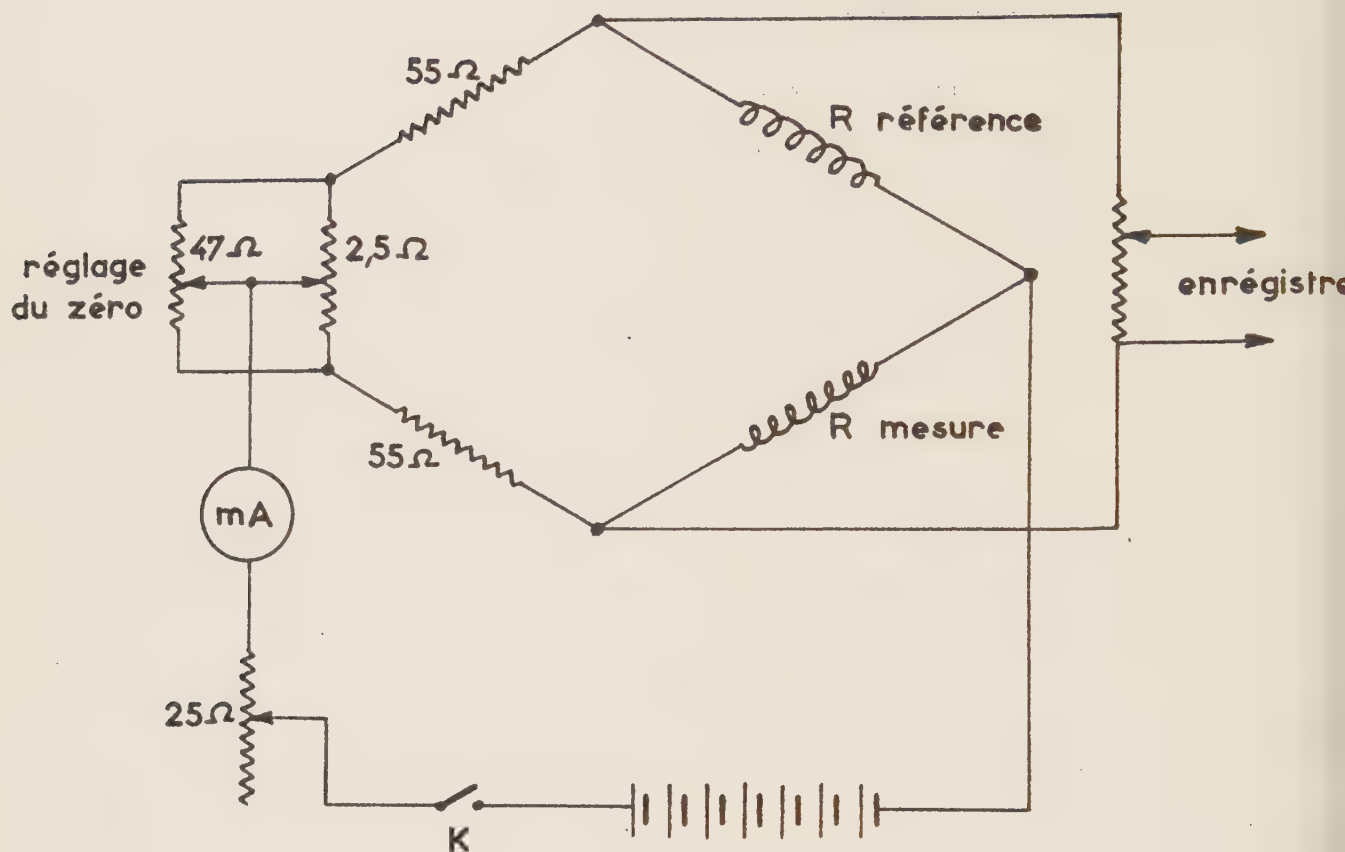
Lorsque la cloche descend dans le liquide de la cuve, elle subit une poussée variable qui doit être compensée pour que la pression ne diminue pas à l'intérieur de la cloche. Un siphon mobile, solidaire de la cloche fait passer le liquide déplacé au cours du mouvement de descente dans un tube compensateur fixé sur le dôme de la cloche. Ainsi la pression à l'intérieur de la cloche reste constante lorsque le gazomètre se vide (29).

II - MESURE DE LA TENEUR EN CH₄ DU MELANGE :

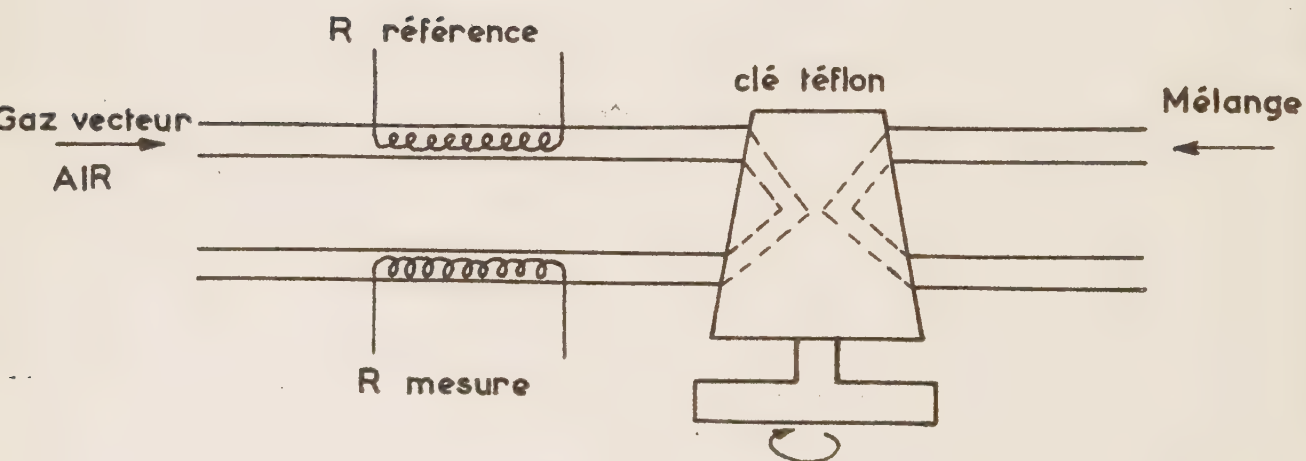
ANALYSE PAR CONDUCTIVITE THERMIQUE DIFFERENTIELLE

Pour étalonner le doseur, il convient de connaître avec précision la nature et la composition du mélange.

I. Schéma électrique: chauffage et détection



II. Circuit pneumatique



ANALYSE PAR CONDUCTIVITE THERMIQUE DIFFERENTIELLE

Fig. 22

Pour analyser le mélange on utilise des détecteurs basés sur la mesure des conductivités thermiques, comparant le gaz à étudier à un gaz vecteur pur (30). Le gaz vecteur et le gaz à analyser passent dans deux cellules comportant des résistances chauffées, faisant partie d'un circuit en pont de Wheatstone et fonctionnant comme un thermomètre à résistance. Un dispositif électronique - galvanomètre enregistreur Graphirac SEFRAM - enregistre le passage du gaz à analyser sous forme de pic sur un graphique où l'on porte le temps en abscisses. La surface du pic est liée au pourcentage de gaz à détecter dans un volume connu de mélange. L'intégration de ce pic est réalisée par un intégrateur SEFRAM, couplé à l'enregistreur.

Pour ne pas perturber le débit de mélange ; air-méthane dans le doseur, au moment du prélèvement d'un petit volume de ce mélange pour analyse, l'appareillage est mis en dérivation sur le circuit principal à la sortie du gazomètre.

La figure 22 représente la méthode de prélèvement de volumes connus de mélange pour leur analyse.

III - MESURE ET CONTROLE DU DEBIT

Le débit de mélange est mesuré et contrôlé à l'aide du microdébitmètre thermique différentiel étudié précédemment. A l'aide d'un commutateur de voies, de période : une minute, placé à l'entrée du graphispot SEFRAM, on enregistre sur le même graphique la tension fournie par le débitmètre, permettant de s'assurer de la valeur et de la stabilité du débit, et la tension fournie par le doseur ; ce qui en permet l'étalonnage, à un débit donné en fonction de la composition du mélange.

ESSAIS SYSTEMATIQUES DU DOSEURRESULTATS EXPERIMENTAUXA - PARAMETRES

L'étude du microdébitmètre thermique différentiel nous a montré que les performances de l'appareil dépendaient de nombreux facteurs. De même, le fonctionnement et la sensibilité atteinte par le doseur continu d'hydrocarbures gazeux sont fonction de multiples paramètres tant mécaniques qu'électriques.

I - LES PARAMETRES MECANIQUES

La dimension des chambres - laboratoire et témoin - est une des données essentielles du doseur. En effet, c'est la chaleur dégagée dans la chambre de mesure, par la combustion catalytique de l'hydrocarbure sur le platine incandescent, qui est mesurée par la pile thermoélectrique à travers la paroi. Plus les chambres sont étroites, moins il y a de pertes, et la sensibilité de l'appareil en est accrue d'autant.

Ainsi la section des tubes d'alumine, la longueur des pièces porte-filaments qui détermine la longueur des chambres de combustion, la longueur de la pile thermoélectrique sont à déterminer avec soi-

II - LES PARAMETRES ELECTRIQUES ET THERMIQUES

Pour qu'il y ait effectivement combustion catalytique, il faut que le filament de platine sur lequel a lieu la combustion soit à une température suffisamment élevée.

La température atteinte par le fil dépend de sa longueur, de son diamètre, de sa résistivité et de la puissance électrique dissipée.

La nature et le nombre de thermocouples constituant la pile thermoélectrique interviennent aussi dans la sensibilité de l'appareil.

Vu les températures atteintes à l'intérieur du doseur - de l'ordre de 1200°C sur les filaments - le bloc métallique, constituant l'enveloppe de celui-ci, se trouve à une température au dessus de la température ambiante. Il convient donc de l'isoler afin que les courants d'air n'aient aucune influence sur la stabilité de la mesure.

III - LES PARAMETRES EXTERIEURS

En plus de sa constitution mécanique et de son alimentation électrique, le fonctionnement du doseur dépend des conditions d'utilisation, c'est-à-dire de la nature du mélange, de son débit, du pourcentage de gaz non brûlé restant dans le mélange à la sortie de l'appareil.

L'étude de ces différents paramètres nous permet de déterminer la courbe d'étalonnage du doseur en fonction du pourcentage en hydrocarbure de l'air analysé.

B - ESSAIS PRELIMINAIRES

La mise au point du prototype de doseur d'hydrocarbures gazeux a essentiellement porté sur la détermination de la température des filaments -donc de la puissance électriques dissipée - et du débit de gaz. Nous appellerons ξ le pourcentage d'hydrocarbure contenu dans l'air. D'autre part la tension E fournie par la pile thermoélectrique sera la somme

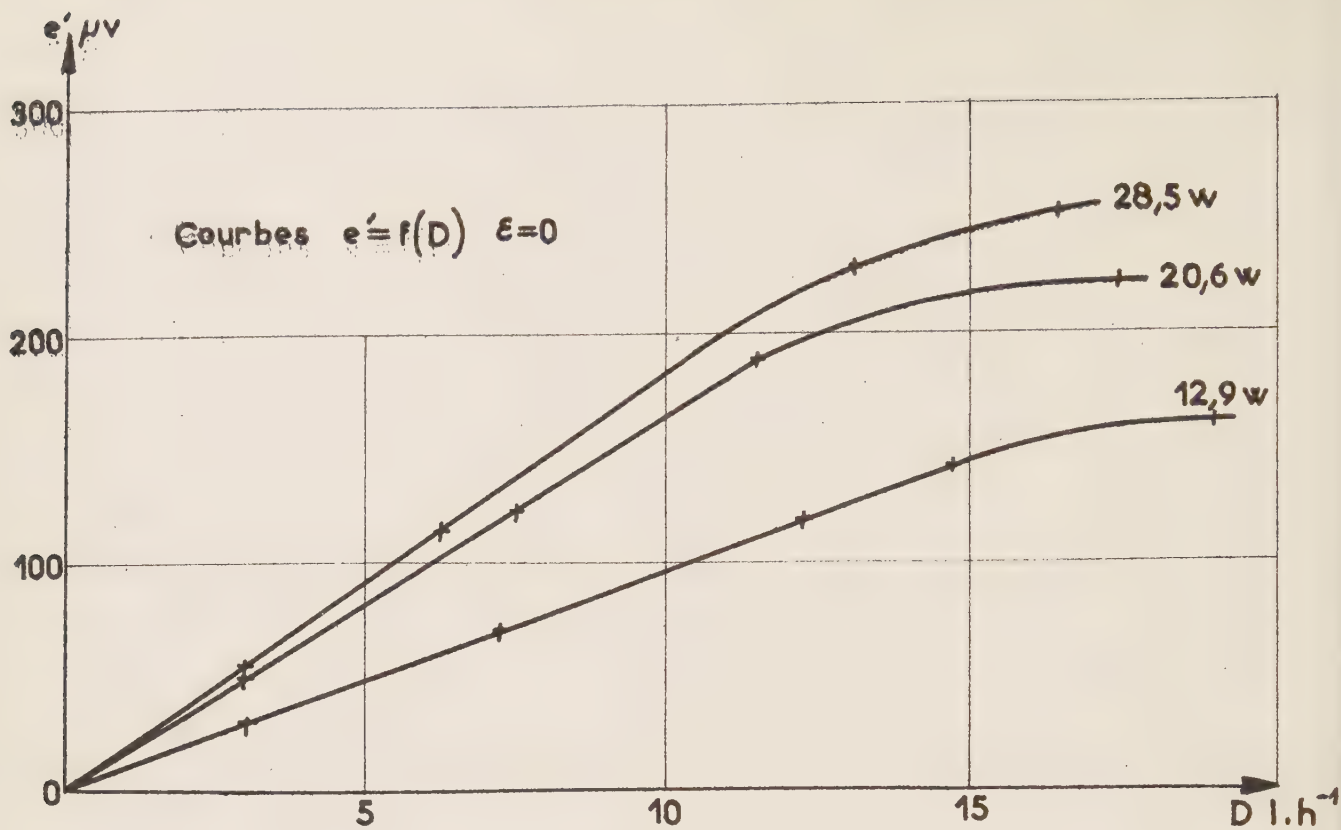


Fig. 23

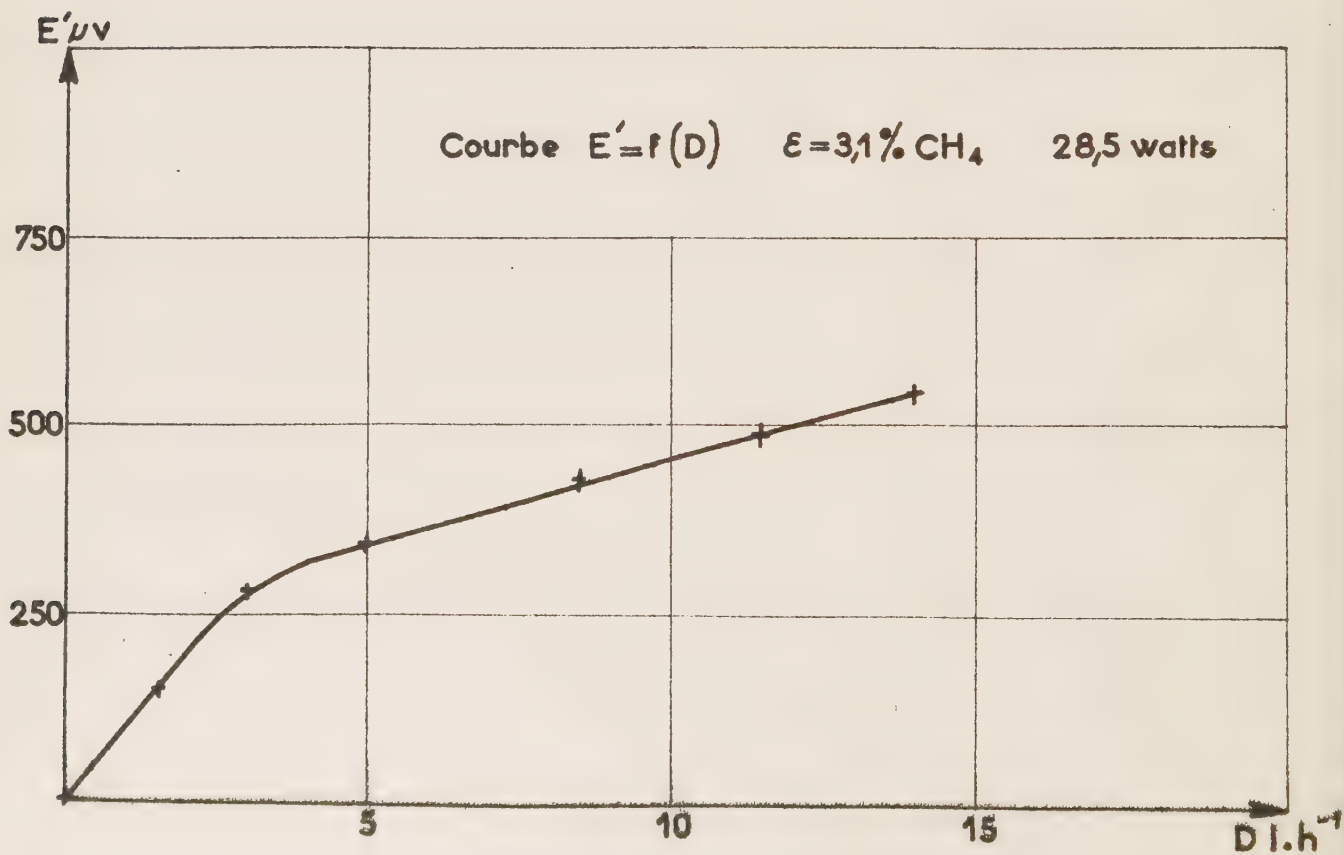


Fig. 24

de deux f.e.m. : une f.e.m. e due à la combustion catalytique du méthane sur la platine et une f.e.m. e' , faible vis à vis de la première, due uniquement à l'écoulement du mélange dans le doseur.

I - ETUDE DE LA STABILITE DU ZERO

En l'absence de tout débit, il est nécessaire que les deux chambres de mesure : laboratoire et témoin, soient à la même température ; la f.e.m. fournie par la thermopile doit être nulle. Pour assurer la stabilité, il a fallu utiliser une tension de chauffage parfaitement stable, et d'autre part isoler le doseur du milieu ambiant afin qu'il n'y ait aucune perturbation thermique.

II - ETUDE DE L'INFLUENCE DU DEBIT

Un débit d'air pur a une faible influence sur les indications du doseur, comparativement au même débit de mélange : air-méthane, mais il convient d'en tenir compte lors de l'étalonnage.

Le réseau de courbes donnant sans combustion catalytique la force électromotrice différentielle e' en fonction du débit pour différentes températures statiques des filaments, est représenté figure 23.

Nous voyons que pour un débit donné les courbes d'étalonnage $E' = f(\mathcal{E})$ ne passeront pas par l'origine ; elles seront décalées d'une f.e.m. e' constante due au seul débit. Nous pourrions réaliser un équilibre dynamique du doseur, à débit gazeux constant, en opposant à la mesure cette même force électromotrice e' . Ce décalage de zéro peut se faire à l'aide du potentiomètre ADB de la figure 19, qui permet de régler les puissances dissipées dans les deux filaments. (c.f. chapitre V - paragraphe B-11). Ainsi, la f.e.m. due au seul débit n'interviendra plus dans la mesure.

Enfin il est intéressant de connaître l'influence du débit du mélange air-méthane sur les indications du doseur, afin de

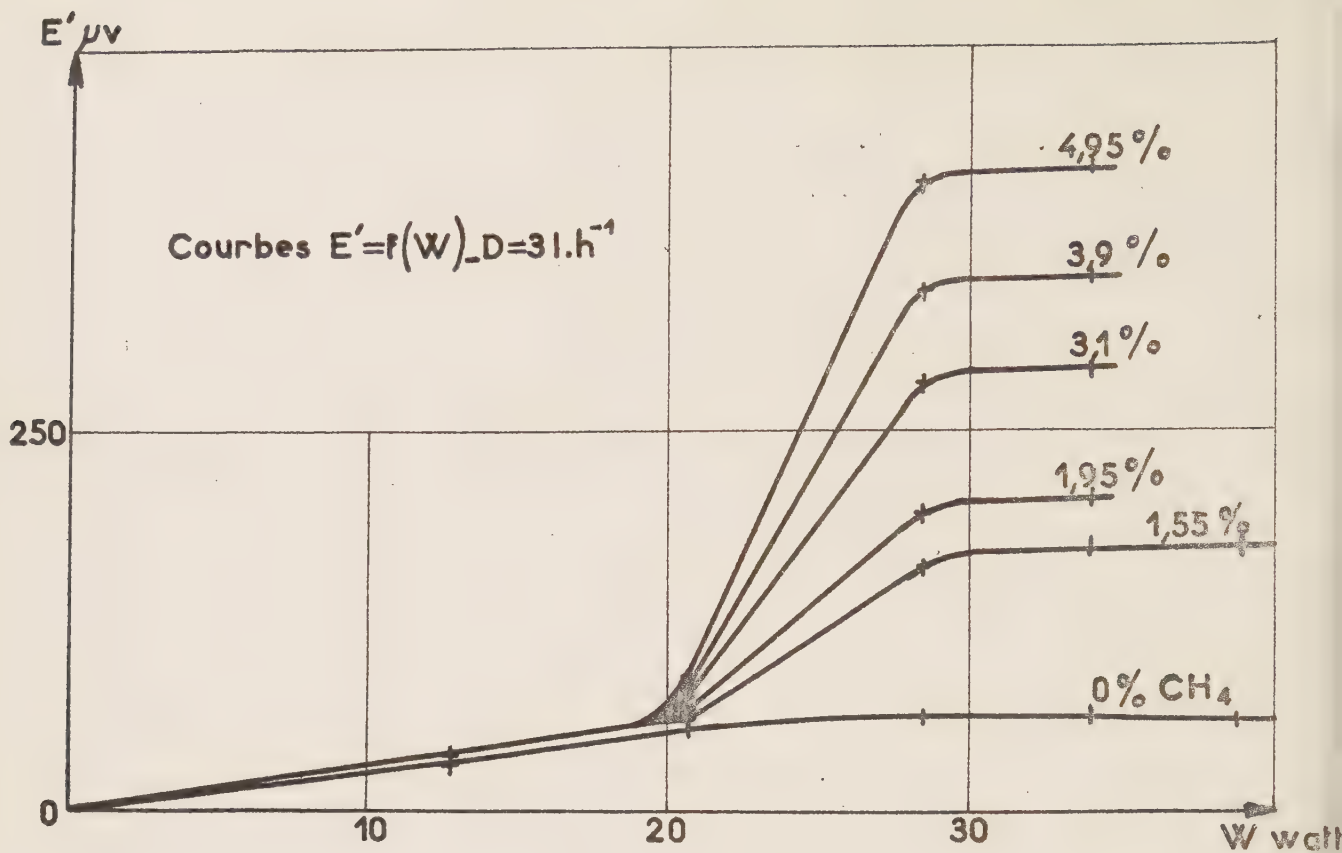


Fig. 25

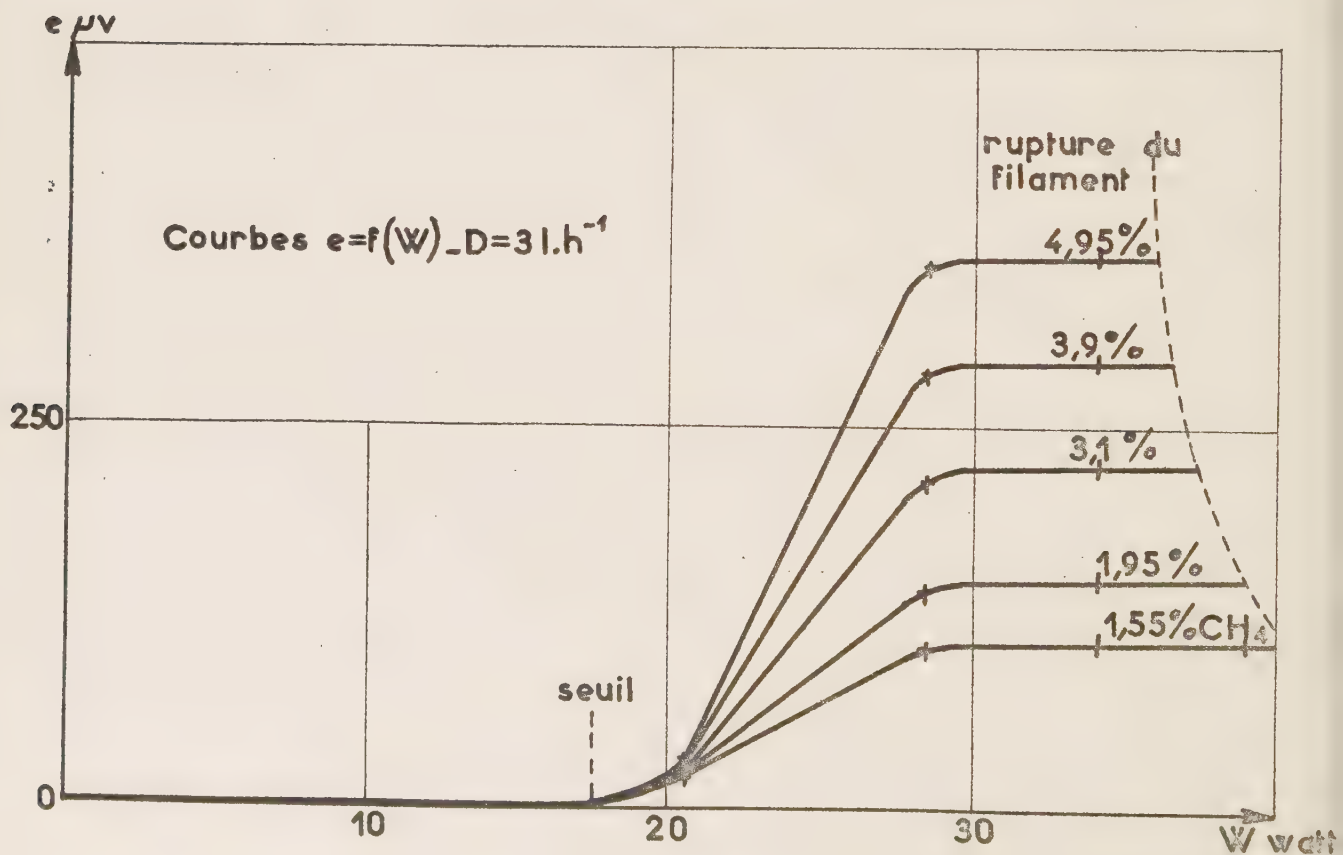


Fig. 26

déterminer les conditions optimales d'utilisation. La courbe donnant E' en fonction du débit, pour un mélange et un chauffage donnés, est représentée figure 24.

Aux faibles débits, le mélange balaie lentement le filament actif, ce qui permet une combustion catalytique complète de l'hydrocarbure sur le platine. A la sortie de la chambre de mesure le mélange gazeux est quasiment épuisé en méthane ; ainsi, aux faibles débits, la pente de la courbe $E' = f(D)$ est plus forte qu'aux débits plus importants. Nous voyons qu'il est intéressant de choisir le débit à travers le doseur aux alentours de 3 l.h^{-1} .

III - ETUDE DE LA TEMPERATURE DES FILAMENTS

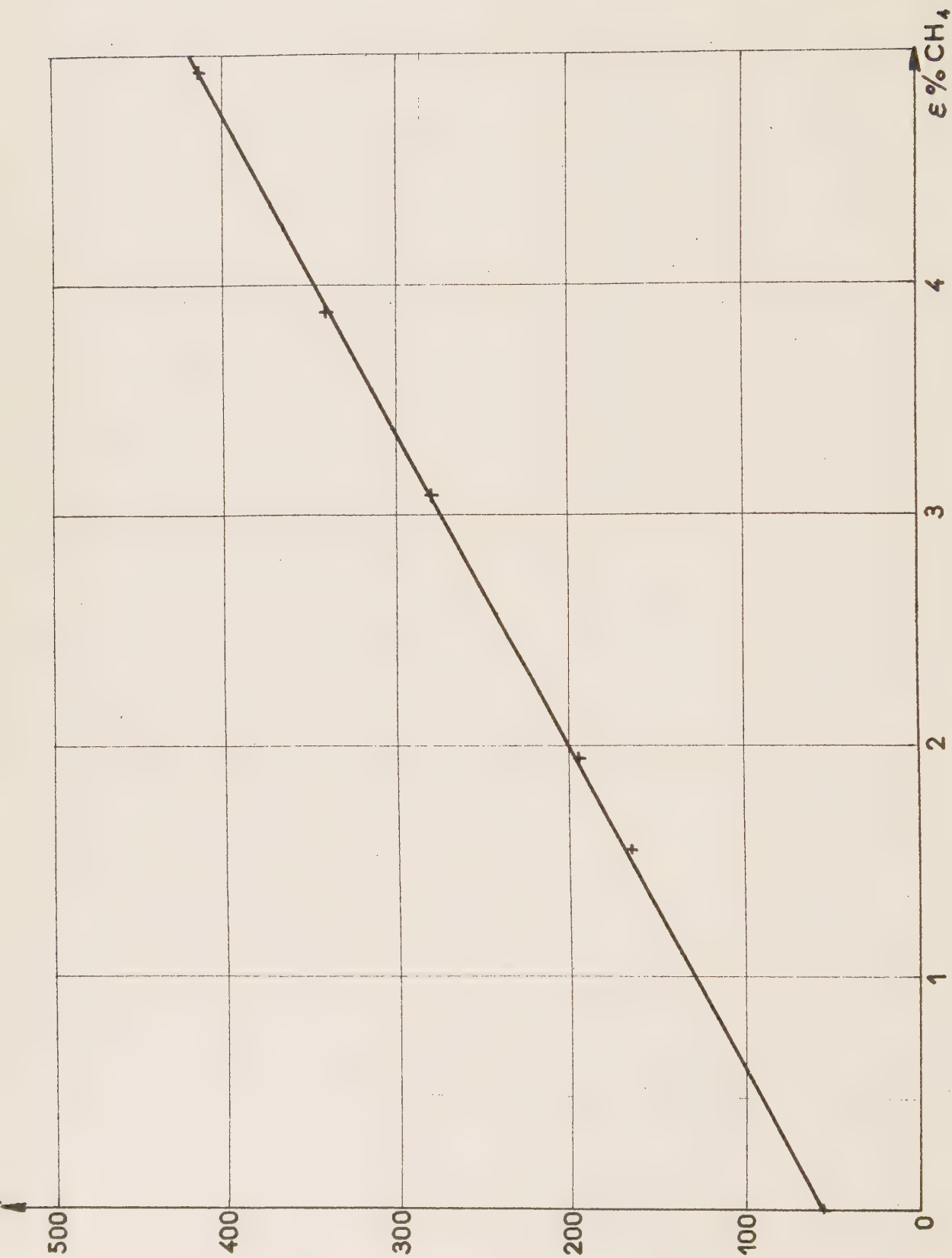
Des essais effectués sur des mélanges connus d'air et de méthane nous ont permis de tracer le réseau de courbes $E' = f(w)$ de la figure 25 donnant la sensibilité de l'appareil en fonction de la puissance électrique dissipée dans les filaments à débit constant, pour différentes teneurs en méthane du mélange.

Pour plus de clarté, nous avons tracé sur la figure 26, le réseau de courbes $e = f(w)$. Nous constatons l'existence d'un seuil de combustion, en deça duquel la température du filament est trop basse pour provoquer la combustion du méthane.

A partir de ce seuil, la sensibilité croît linéairement en fonction de la puissance électrique dissipée, puis nous atteignons un palier de saturation qui se prolonge jusqu'à la rupture du fil. Nous voyons que pour avoir une sensibilité optimale, il faut placer le point de fonctionnement au début du palier de saturation.

C - ESSAIS SYSTEMATIQUES - RESULTATS EXPERIMENTAUX

Le fonctionnement du doseur dépend de trois paramètres principaux : la température des filaments - c'est-à-dire la puissance



Courbe d'étalonnage METHANE 28,5 Watts

électrique dissipée - le débit du mélange et la composition de celui-ci.

Les essais précédents nous amènent à fixer le débit à 3 l.h^{-1} et la puissance électrique dissipée dans les fils à environ 28 watts.

Les conditions optimales d'utilisation étant ainsi fixées, nous pouvons étalonner l'appareil en fonction de la teneur en méthane de l'air analysé. Nous étudierons aussi la stabilité de la mesure, la précision, la reproductibilité des résultats et la constante de temps.

I - ETALONNAGE DU DOSEUR POUR UN MELANGE AIR-METHANE

Des différentes courbes précédentes, nous en déduisons la courbe $E' = f(\xi\%)$ qui donne aux conditions nominales d'emploi -puissance dissipée dans les filaments de 28,5 watts et débit du mélange réglé à 3 l.h^{-1} - La courbe d'étalonnage du doseur pour un mélange air-méthane. La figure 27 montre que la f.e.m. fournie par la thermopile est une fonction linéaire de la teneur en méthane de l'air analysé :

$$E' \text{ } \mu\text{V} = 72,5 \xi \% \text{ CH}_4 + 55.$$

La sensibilité de l'appareil est de $72,5 \text{ } \mu\text{V}$ par % de CH_4 dans l'air.

II - TEMPS DE REPONSE - PRECISION

Le doseur d'hydrocarbures a sensiblement la même constante de temps que le microdébitmètre thermique différentiel. Dans les conditions d'utilisation, c'est-à-dire pour un débit de mélange de 3 l.h^{-1} , le temps de réponse à 50 % de l'appareil est de 100 secondes.

Des mesures effectuées sur plusieurs heures nous montrent que la f.e.m. fournie par le doseur fluctue de 1 % autour de la valeur moyenne.

III - POURCENTAGE DE COMBUSTIBLE BRULE PENDANT LA CATALYSE

Il est intéressant de connaître le pourcentage de gaz combustible brûlé au passage dans le doseur. En effet, pour obtenir des résultats reproductibles et indépendants de la variation d'activité catalytique du filament de mesure, il convient que le combustible contenu dans l'air soit brûlé, en presque totalité sur le premier filament.

Une analyse au spectrographe de masse décèle la présence d'environ 5 % en volume de gaz combustible non brûlé à la sortie du doseur après combustion ; ce pourcentage est suffisamment faible pour que la reproductibilité des résultats soit satisfaisante ; elle correspond à environ 80 % de gaz brûlé sur le premier filament.

IV - CONCLUSION

Un gaz grisouteux étant surtout composé d'air et de méthane, le doseur d'hydrocarbure gazeux, qui vient d'être étudié, peut être utilisé en indicateur de grisou (grisoumètre).

Son faible encombrement et son maniement facile permettent de l'utiliser dans les conditions assez dures des mines. La seule modification à apporter pour l'employer en grisoumètre directement dans les mines est de lui adjoindre une pompe afin de créer un débit continu d'air ambiant.

D'une façon plus large, il est possible de l'utiliser en laboratoire en analyseur de mélanges d'air et d'hydrocarbures tels que l'éthane, la propane, le butane dans les limites de sécurité permises, et en portant le platine à la température convenable.

C O N C L U S I O N S

Dans ce travail nous avons réalisé, à partir d'un même capteur thermoélectrique, deux dispositifs de mesure à réponse linéaire :

- l'un permettant la détermination de débits gazeux dans le domaine de 0 à 25 l.h^{-1} .
- l'autre permettant le dosage précis d'hydrocarbures présents dans un mélange gazeux.

Ces appareils, dérivés des dispositifs d'analyse enthalpique différentielle sont de conception simple et robuste, ne comportent aucune pièce mobile et ne nécessitent qu'une source auxiliaire de puissance relativement faible de quelques dizaines de watts sous basse tension. Ils peuvent donc être très facilement utilisés soit en laboratoire soit sur chantiers sans précautions particulières, car les étalonnages sont insensibles dans de larges limites aux variations éventuelles de la température et de la pression ambiantes.

- | | | |
|------|--|---|
| (20) | PASCAL | Notions élémentaires de chimie générale
1953 |
| (21) | P. DEVORE | Thèse Lyon 1959 |
| (22) | Ch. EYRAUD, B. DOMANSKI,
L. DE MOURGUES | Bulletin de la Société Chimique de France
1956 |
| (23) | J.C. JUNGERS | Cinétique chimique appliquée - PARIS - |
| (24) | M.E. GLEIN | Revue de l'industrie minérale 1955 |
| (25) | K. WINTER | Revue de l'industrie minérale 1955 |
| (26) | R. MONICARD | Revue de l'institut français du pétrole
1951 |
| (27) | EYRAUD, DOMANSKI,
DEVORE, BOTAZZI | Chimie analytique 1961 |
| (28) | J.C. SAPET | Thèse Lyon 1962 |
| (29) | E. PLUNIAN | Technique de l'ingénieur - Mesure et
contrôle |
| (30) | L. SAVIDAN | La chromatographie - Dunod - 1958 |

TABLE DES MATIERES

SYMBOLES UTILISES	7
INTRODUCTION	9
Chapitre I - ECOULEMENT DES FLUIDES CONVECTION FORCEE DE LA CHALEUR	13
A - Ecoulement des fluides	13
I) Régime laminaire - Régime turbulent	13
II) Définitions	14
III) Calcul de la vitesse critique d'un gaz dans un conduit cylindrique.	15
IV) Ecoulement laminaire en régime établi dans un tuyau cylindrique.	15
B - Convection de la chaleur	18
I) Hypothèse de similitude	18
II) Définitions	18
III) Relation entre le débit du fluide et sa température.	20
Chapitre II - PRINCIPE ET REALISATION D'UN MICRODEBITMETRE THERMIQUE DIFFERENTIEL - DISPOSITIFS DE MESURE	23
A - Principe	23
B - Réalisation	25
I) Le circuit des gaz et le bloc calorimètre	25
II) Le détecteur : la pile thermoélectrique	27
III) Le circuit de chauffage	27

C - Dispositifs de mesure	29
I) Contrôle du débit : débitmètre à capillaire	29
II) Mesure du débit : Méthode du film de savon	29
III) Mesure de la f.e.m. fournie par la thermopile	30
Chapitre III - ESSAIS SYSTEMATIQUES - RESULTATS EXPERIMENTAUX	31
A - Paramètres	31
I) Les paramètres mécaniques	31
II) Les paramètres électriques	32
III) Les paramètres extérieurs	33
B - Essais préliminaires	34
C - Essais systématiques - Résultats expérimentaux	36
I) Variation de la sensibilité en fonction de la nature du gaz.	39
II) Variation de la sensibilité en fonction de la puissance électrique dissipée.	39
III) Variation de la sensibilité en fonction de la température ambiante	41
IV) Constante de temps	41
V) Précision - Stabilité dans le temps	43
VI) Résumé	43
D - Conclusion	43
Chapitre IV - LE DOSAGE DES HYDROCARBURES GAZEUX PAR COMBUSTION CATALYTIQUE	45
A - Introduction	45
B - La combustion catalytique	45
I) Définition et mécanisme	45
II) Le catalyseur	46

III) Constitution des mélanges	47
C - Le dosage des Hydrocarbures	48
Chapitre V - PRINCIPE ET REALISATION D'UN DOSEUR CONTINU D'HYDROCARBURES GAZEUX - DISPOSITIFS DE MESURE	51
A - Principe	51
B - Réalisation	53
I) Le circuit des gaz et le détecteur	53
II) Le circuit de chauffage	55
C - Dispositifs de mesure	57
I) Préparation du mélange : le gazomètre	57
II) Mesure de la teneur en CH_4 du mélange : Analyse par conductivité thermique différentielle	57
III) Mesure et contrôle du débit.	59
Chapitre VI - ESSAIS SYSTEMATIQUES DU DOSEUR - RESULTATS EXPERIMENTAUX	60
A - Paramètres	60
I) Les paramètres mécaniques	60
II) Les paramètres électriques et thermiques	61
III) Les paramètres extérieurs	61
B - Essais préliminaires	61
I) Etude de la stabilité du zéro	63
II) Etude de l'influence du débit	63
III) Etude de la température des filaments	65
C - Essais systématiques - Résultats expérimentaux	65
I) Etalonnage du doseur pour un mélange air-méthane	67
II) Temps de réponse - Précision	67
III) Pourcentage de combustible brûlé pendant la catalyse	68
IV) Conclusion	68
CONCLUSIONS	69
BIBLIOGRAPHIE	71

DEUXIEME THESE

Propositions donnée par la Faculté

Méthodes de détection de la modulation de Fréquence

Vu :

Les membres du Jury

Ch. EYRAUD

L. EYRAUD

R. CHERY

M. RICHARD

Vu et Approuvé :

Le doyen de la Faculté des Sciences

J. BRACONNIER

Vu et accordé le permis d'imprimer :

Lyon, le 18 JUIN 1934

Le Recteur,

Président du Conseil de l'Université

P. LOUIS

